



# TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA TEXTILNÍ

## KOMPOZITNÍ MATERIÁLY S POLYURETANOVOU MATRICÍ

## COMPOSITE MATERIALS WITH POLYURETHANE MATRIX

Bc. Jiří Lisler

145

Vedoucí diplomové práce: Ing. Miroslava Maršálková, Ph.D.

Rozsah práce a příloh:

Počet stran.....56

Počet obrázků.....34

Počet tabulek.....2

Počet příloh na CD.....4

## Prohlášení

Byl(a) jsem seznámen(a) s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval(a) samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

Datum

Podpis

## **Poděkování**

Rád bych zde poděkoval vedoucí své bakalářské práce, slečně Ing. Miroslavě Maršálkové PhD za rady, připomínky, náměty a trpělivost, kterou mi věnovala při vytváření této práce. Dále bych chtěl poděkovat panu Ing. Břetislavu Homolkovi za cenné rady a připomínky v oblasti výroby polyuretanů a za materiální podporu při vytváření vzorků a forem.

Také bych zde chtěl poděkovat své matce, která mě po celou dobu trpělivě podporovala a tolerovala. Bez její podpory by tato práce nikdy nevznikla.

## **Anotace**

Diplomová práce se zabývá měřením závislosti dynamicko-mechanických vlastností na množství a druhu výztuže. Byly naměřeny hodnoty na vzorcích, jejichž výztuž tvořila skleněná vlákna s koncentrací 1% a čedičová vlákna s koncentracemi 1% a 2%. Byl sledován vliv koncentrace výztuže na komplexní modul pružnosti  $E$  a ztrátový činitel  $\tan \delta$ . Dále byla provedena tahová zkouška, při které byla sledována síla do přetržení a prodloužení do porušení vzorku.

Vzájemným porovnáním naměřených hodnot a grafů (ztrátový úhel a komplexní modul pružnosti), byla popsána závislost množství a druhu matrice na výsledné vlastnosti kompozitu.

**Klíčová slova:** dynamicko-mechanická analýza, tahová zkouška, polyuretan, komplexní modul pružnosti, ztrátový úhel, kompozit.

This thesis is devoted to measuring of the dynamic-mechanical dependence on the type and amount of the reinforcement. The readings were taken on samples of glass fibers reinforcements with 1% concentration and basalt fibers with concentrations of 1% and 2%. The influence of concentration of reinforcements on the complex modulus of elasticity  $E$  was observed as well as the loss factor  $\tan \delta$ . Furthermore the traction-test was carried out monitoring both the breaking force and the rate of elongation to the disruption of the sample.

Reciprocal comparisons of readings and diagrams (loss angle and the complex modulus of elasticity) describe the dependence of the amount and type of the matrix on the final properties of the composite.

**Key words:** dynamic-mechanical analysis, traction-test, polyurethane, the complex modulus of elasticity, loss angle, composite

## OBSAH

1. ÚVOD .....	9
2. TEORETICKÁ ČÁST.....	10
2.1 Kompozity.....	10
2.1.1 Základní rozdělení materiálů.....	10
2.1.2 Základní pojmy.....	10
2.1.3 Materiálové složky v kompozitech.....	11
2.1.4 Definice kompozitů.....	11
2.1.5 Rozdělení kompozitů.....	12
2.1.6 Rozdělení podle velikosti vyztužující složky.....	13
2.2 Vlákná pro kompozity.....	14
2.2.1 Skleněná vlákna.....	15
2.2.2 Čedičová vlákna.....	17
2.3 Polyuretan.....	19
2.3.1 Základní složky polyuretanu .....	19
2.3.2 Druhy polyuretanu.....	20
2.4 Stupnice tvrdosti Shore.....	24
2.5 Dynamicko–mechanická analýza (DMA).....	26
2.5.1 Teorie pružnosti.....	26
2.5.2. Princip metody DMA .....	28
2.5.3 Popis metody DMA.....	29
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST A DISKUZE VÝSLEDKŮ.....	30
3.1 Popis přípravy vzorků.....	30
3.2 Výroba forem a modelů.....	30
3.3 Výroba kompozitních vzorků.....	32
3.4 Zvolené tvrdosti a koncentrace.....	33
3.5 Testování kompozitních materiálů.....	34
3.5.1 Trojbodý ohyb (3 point bending).....	34
3.5.2 Postup měření DMA.....	36
3.5.3 Objemová hmotnost testovaných vzorků.....	45
3.5.4 Určení jemnosti vyztužujících složek.....	46
3.5.5 Tahová zkouška.....	47

4. ZÁVĚR.....	53
5. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....	55
6. SEZNAM PŘÍLOH NA CD.....	56

**SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK**

ShA	tvrdost v Shoreho stupnici A	[-]
ShD	tvrdost v Shoreho stupnici D	[-]
ShC	Tvrdost v Shoreho stupnici C	[-]
Jc	chyba způsobená konstrukcí přístroje	[-]
E	komplexní modul v tahu	[Pa]
G	komplexní modul ve smyku	[Pa]
K	modul upínacího zařízení	[-]
PUR	polyuretan	[-]
DMA	dynamicko-mechanická analýza	[-]
$\varphi$	vlhkost	[%]
E <sub>max</sub>	počáteční energie působící na vzorek	[J]
E <sub>Fmax</sub>	konečná energie působící na vzorek	[J]
m	hmotnost	[kg]
$\rho$	hustota	kg/m <sup>3</sup>
V	objem	m <sup>3</sup>
TDI	typ elastomeru	[-]
MDI	typ elastomeru	[-]
T	jemnost	[tex]
tg $\delta$	ztrátový úhel	[-]



## 1. ÚVOD

V současné době, má lidstvo stále snahu najít nové a lepší materiály pro nejrůznější aplikace. Ne všechny materiály mají atributy, které by uspokojovaly náročné potřeby lidí. Proto se stále více používají kompozitní materiály, které dosahují vlastností, které nejsou pouhou sumací jednotlivých složek, ale zpravidla dosahují mnohem lepších vlastností.

Technický pokrok zasáhl i do textilního odvětví, kde strojní zařízení, technologické postupy, ale i stálé zdokonalování textilních vláken umožňují produkovat výrobky vysoké kvality při zrychlování celého procesu výroby. Mezi hlavní oblasti moderní textilní produkce patří výroba funkčních oděvů a výroba technických textilií.

S rozvojem polyuretanů nastala otázka, jak využívat tento všestranný materiál. Své uplatnění našel v mnoha odvětvích. Můžeme se s ním setkat např. v pojezdových soukolích manipulátorů, přístrojových deskách automobilů, v matracích nebo dokonce v nádržích bojových letadel. Polyuretan může kompozitům propůjčovat nejrůznější vlastnosti. Obrovskou tažnost, samozhášivost, pevnost, pružnost a mnoho jiných.

K samotnému experimentu v této diplomové práci posloužil kompozit, jehož výztuž tvořila čedičová a skleněná vlákna a jako matrice byl použit polyuretanový materiál, který je schopen nabývat tvrdostí od 55 ShA do 55 ShD. Zastoupena zde byla tvrdost polyuretanu od 55 ShA do 95 ShA odstupňovaných po deseti stupních Shoreho stupnice.

V této diplomové práci je popsána závislost mechanických vlastností na množství a druhu výztuže.

## **2 TEORETICKÁ ČÁST**

### **2.1 Kompozity**

#### **2.1.1 Základní rozdělení materiálů**

Většinu materiálů můžeme z hlediska počtu obsažených složek rozdělit na dvě základní skupiny:

- Jednoduché (homogenní) – materiál má ve všech svých částech stejné vlastnosti
- Složené (kompozitní, heterogenní) – tyto materiály jsou složeny ze dvou či více fyzikálně nebo chemicky odlišných složek. Materiál nemusí mít ve všech svých částech zcela stejné vlastnosti. [1]

#### **2.1.2 Základní pojmy**

- Soustava – souhrn fyzikálních těles, který jako celek považujeme za oddělený od okolního prostředí, může se skládat z jedné nebo více fyzikálně a chemicky stejnorodých (homogenních) látek obecně zvaných fáze, které mohou být otevřené, uzavřené nebo izolované.
- Fáze – homogenní látkový útvar, který je v heterogenní soustavě fyzikálně oddělen od jiných útvarů. Na rozhraní fází se některé materiálové parametry mění skokem. Fáze se může vyskytovat ve třech skupenstvích, v pevném, kapalném a plynném stavu. Každý krystalický stav téže látky tvoří samostatnou pevnou fázi. Nezáleží na tom, zda pevná fáze tvoří souvislý celek nebo oddělené krystalky. Fáze však nemusí být chemicky čistá látka. Může jí tvořit např. směs plynů nebo roztok.
- Složka – chemicky čistá látka, která se zúčastňuje stavových změn. Počet složek se v průběhu stavových změn nemění. Během těchto změn tedy žádná složka nevzniká, ani nezaniká. [1]

### 2.1.3 Materiálové složky v kompozitech

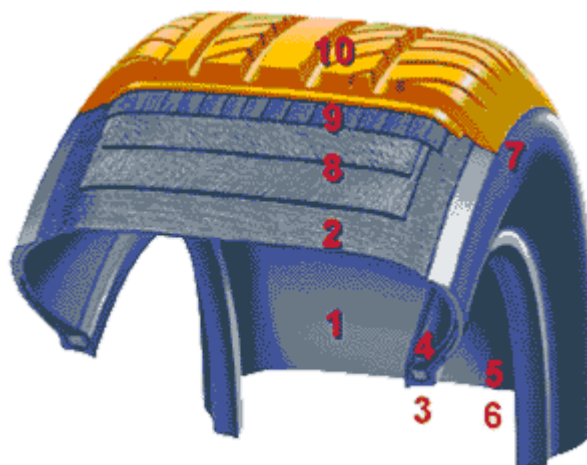
Jsou to materiály, které tvoří samotný kompozit. Jejich struktura se od sebe zpravidla výrazně liší svými fyzikálními a chemickými vlastnostmi, přičemž si každá složka zachovává své základní vnitřní vlastnosti [1]

#### Synergický efekt

Složky musí navzájem spolupracovat, tj. alespoň jedna vlastnost kompozitu musí být lepší (vyšší) než je pouhý součet vlastností jednotlivých složek. Při navrhování samotného kompozitu je hledáno nejvhodnější uspořádání složek tak, aby synergický efekt byl co nejvyšší. [12]

Příklad: spojení textilní nebo kovové výztuže s gumou pro zpevnění pneumatik (obr. 2.1) [2]

1. Vnitřní guma
2. Kostrový materiál - kordy
3. Patní lano
4. Jádro
5. Výztužný pásek
6. Patní pásek
7. Bočnice
8. Nárazník
9. PA nárazník - nulový
10. Běhoun



Obr. 2.1: Řez pneumatikou

### 2.1.4 Definice kompozitů

Kompozity jsou materiály, které jsou tvořeny zpravidla ze dvou nebo více chemicky nebo fyzikálně odlišných složek.

- Matrice – spojitá, obvykle poddajnější složka, která zastává funkci pojiva výztuže kompozitu. Může být:
  - polymerní,
  - kovová,
  - keramická,
  - skleněná, sklokeramická,
  - uhlíková.
- Výztuž, zpravidla ve formě vláken je tužší, pevnější, nespojitá. Vlákná mohou být:
  - skleněná,
  - uhlíková,
  - borová,
  - polymerní,
  - keramická,
  - přírodní (rostlinná, čedičová, azbestová),
  - proteinová (vlákna pavouků).[3]

### 2.1.5 Rozdělení kompozitů

Kompozity se třídí podle několika různých hledisek:

1. podle druhu matrice;
2. podle geometrického charakteru vložené složky;
3. podle typu výztuže (obr 2.2).

Ad 1: Výztuž může být

- Polymerní (termoplastická, reaktoplastická, elastomerní);
- Anorganická (beton)

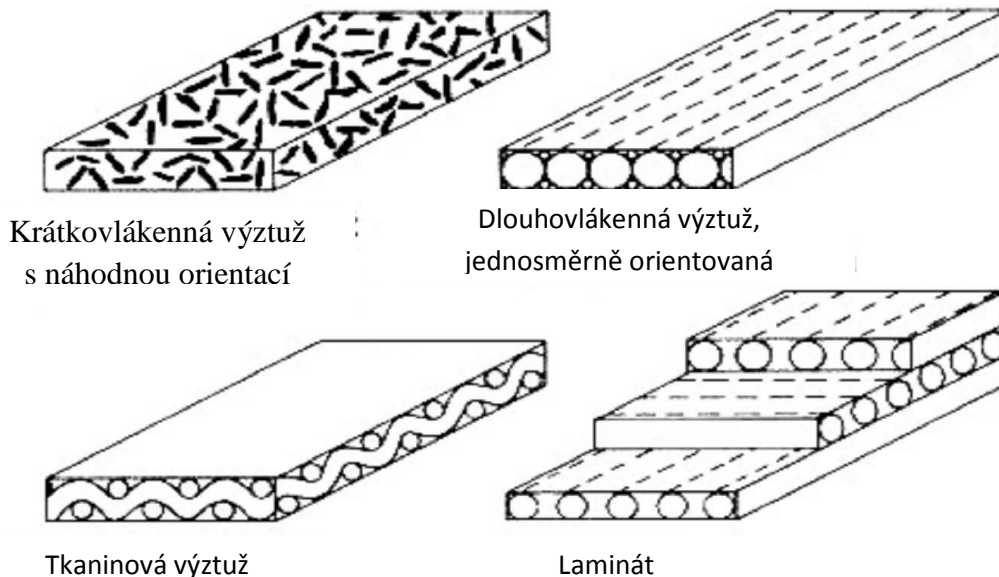
Ad 2: Tvar vložených částic může být:

- Partikulární - částice různého tvaru (např. vláknové kompozity);
- Granulární - částice, které nemají osově rozměry příliš rozdílné;
- Fibrilární - jeden rozměr u částice převažuje (délka vlákna);

- Lamelární - jeden rozměr proti ostatním dvěma je zanedbatelný (tloušťka - destička).

Ad 3: Podle typu výztuže se rozlišují kompozity na:

- Lamino - vrstva vícevrstvého vláknového kompozitu;
- Laminát - vícevrstvý vláknový kompozit, materiály složek jsou v každé vrstvě stejné;
- Hybridní laminát - jednotlivé vrstvy mají různé materiálové složení
- Částicové kompozity - s náhodnou orientací,
  - s přednostní orientací,
- Vláknové kompozity – jednovrstvé,
  - dlouhovláknové - jednosměrné vyztužení nebo dvousměrné vyztužení,
  - krátkovláknové - s náhodnou orientací,
    - s přednostní orientací,
    - mnohovrstvé (lamináty, hybridy). [1]



Obr. 2.2: Typy výztuží kompozitu

### 2.1.6 Rozdělení podle velikosti vyztužující složky

- 1) Mikrokompozitní materiály - největší příčné rozměry výztuže (vláken nebo částic) jsou v rozmezí  $10^0$  až  $10^2$   $\mu\text{m}$ . Oproti kovům a jejich slitinám mají tyto

materiály menší hustotu a tedy příznivý poměr pevnosti v tahu a modulu pružnosti k hustotě, tj. dosahují velké měrné pevnosti a měrného modulu.

- 2) Makrokompozity obsahují výztuž o velikosti příčného rozměru  $10^0$  až  $10^2$  mm a jsou používány především ve stavebnictví (železobeton, tj. beton zpevněný ocelovými lany nebo pruty, polymerbetony obsahující drcené kamenivo a pryskyřici). Za makrokompozity lze považovat i plátované kovy, vícevrstvé materiály a konstrukce (např. chodníky a vozovky).
- 3) Nanokompozity jsou kompozitní materiály, které mají rozměr výztuže (délka částice nebo průměr vlákna) v jednotkách nm. [3]

## 2.2 Vlákná pro kompozity

Největší pevnost a tuhost dosahují vláknové kompozity s kontinuálními vlákny. Vláknové mikrokompozity obsahují vlákna o průměru  $10^0$  až  $10^2 \mu\text{m}$ . Některé kompozity obsahují vlákna o průměru pod  $1 \mu\text{m}$  v podobě krátkých (diskontinuálních) nanovláken a zařazují se proto mezi nanokompozity. Pevnost vlákna je vždy významně větší než pevnost stejného materiálu v kompaktní formě. Příčinou je malý příčný průřez vláken. V tenkých vláknech jsou minimalizovány rozměry výrobních vad materiálu a také nebezpečnost povrchových vad je při velmi malých příčných rozměrech menší (tenká vlákna mají oproti stejně dlouhým vláknům větších průměrů významně menší povrch). Whiskery jsou monokrystaly o velmi malých příčných rozměrech 3 nm a krátké délce. Dosahují velmi vysoké pevnosti (řádově  $10^4$  MPa), protože neobsahují defekty. [3]

Nejčastěji používané vláknenné produkty:

- sekané prameny – určeny pro přípravu lisovacích a vstřikovacích směsí;
- mletá vlákna - pouze křehká vlákna;
- prameny bez zákrutů;

- jednoduchá příze a kablovaná příze - jsou sdružené prameny s nulovým nebo malým počtem zákrutů (méně než 40 zákrutů/m) pro výrobu profilů tažením;
- rovingové tkaniny - tkané z rovingů. Jsou určeny pro kontaktní laminování, pultruzi, navíjení a výrobu tkaninových prepreg;
- rohože - netkané textilie, rouna. Tvoří je v rovině ležící nahodile uspořádaná kontinuální vlákna nebo sekané prameny větší délky (cca 25 - 50 mm);
- prepery - různě široké role (nebo kotouče), obsahují buď paralelně uspořádané rovingy, tkaninu nebo rohož a polovytvrzenou reaktoplastickou nebo termoplastickou maticí.



Obr. 2.3: Tažený kompozitový profil

### 2.2.1 Skleněná vlákna

Skleněná vlákna jsou jedním ze sklářských výrobků, jehož využití v technické i každodenní praxi se stále rozšiřuje. Oproti masivnímu sklu mají vlákna především vyšší pevnost v tahu a mohou se použít pro výrobu moderních kompozitních materiálů. Skleněná vlákna jsou tradičním výrobkem českého průmyslu a vyrábějí se ve formě stříže nebo nekonečných vláken vhodných pro další využití ve stavebních, chemických i konstrukčních odvětvích průmyslu. Skleněná vlákna jsou vlákna anorganická s širokou škálou použití. Ceněná jsou hlavně pro svoje výborné technické vlastnosti, jako jsou vysoká pevnost, vysoká hodnota Youngova modulu v tahu, odolnost vůči vysokým teplotám, nehořlavost, dobrá chemická odolnost a dobré elektrické vlastnosti. Vynikajících tepelně a zvukově izolačních vlastností využívá v široké míře stavební

průmysl. Vlastnosti skleněných vláken jsou výhodné zvláště ve výrobě kompozitních materiálů jako vyztužující kontinuální vlákna nebo ve formě stříže. Skleněná vlákna jsou používána ke konstrukci vláknových kompozitů o vysoké kvalitě s vysokými nároky na mechanické a tepelné vlastnosti. Konečné výrobky se využívají především v automobilovém průmyslu, ve stavebnictví, leteckém průmyslu, chemickém průmyslu, elektrotechnice a v jiných odvětvích. V elektrotechnickém průmyslu se aplikují zejména ve výrobě laptopů, počítačů a mobilních telefonů. V současné době se věnuje větší pozornost výrobě a použití skleněných vláken ve formě nekonečného vlákna. [4]

### **Rozdělení skleněných vláken**

Skleněná vlákna se dále mohou dělit podle chemického složení a způsobu nebo místa použití do několika skupin:

Vlákna z E skloviny (tzv. bezalkalické vápenato-hlinito-boro-křemičité sklo, sklo Eutal, sklo pro elektrotechniku) je nejlevnější a přitom má dobré mechanické a elektrické vlastnosti (nevodivost, velký povrchový odpor, relativně malou relativní permitivitu při malých dielektrických ztrátách a poměrně dobrou odolnost proti hydrolýze (rozkladu v horké vodě)).

Vlákna ze skloviny S mají větší podíl oxidu křemíku a hliníku a jsou dražší, protože sklovina má větší teplotu tavení. Používají se většinou v kompozitech s epoxidovou matricí. Vlákna mají větší pevnost v tahu a větší modul pružnosti v tahu než standardní vlákna z E skla.

Vlákna ze skloviny C s vyšším podílem alkálií mají nižší teplotu měknutí, jsou méně pevná a jejich mechanické vlastnosti rychleji klesají s rostoucí teplotou. V prostředí obsahujícím kyseliny větší podíl alkalických prvků zlepšuje odolnost proti rozpouštění, v samotné vodě se však alkalické prvky rychle vyluhují.

Vlákna ze skloviny L obsahují oxid olova. Olovo především zvyšuje nepropustnost vyrobeného laminátu pro rentgenové záření. Aplikace tohoto typu skla najdeme v lékařství, vědeckých přístrojích a ve vojenství.



Křemenná vlákna mají stejně nízkou relativní permitivitu jako polymerní aramidová vlákna, ale oproti nim mají o dva řády menší ztrátový činitel při vysokých frekvencích proudu, menší koeficient délkové roztažnosti, nulovou absorpci i menší adsorpci vlhkosti. Křemenná vlákna pro tepelné izolace mají oproti E vláknům vyšší tepelnou odolnost (teplota měknutí asi 980 °C). Výroba křemenných vláken spočívá v rozemletí čistého krystalického křemene a smísení s dalšími přísadami. [3]



Obr. 2.4: Skleněná sekaná vlákna do betonu z E skloviny

### 2.2.2 Čedičová vlákna

Pro výrobu čedičových vláken se používá zpravidla olivín a nefelín. Používají se kyselé čediče s obsahem nejméně 46 % oxidu křemičitého ( $\text{SiO}_2$ )

#### Výroba čedičových vláken

První pokusy se zvlákněním čediče se konaly na začátku 20. století, k rozvoji výroby došlo teprve po 2. světové válce. Výrobní technologie se zakládá na tavném zvláknění při teplotě 1500-1700 °C. Při dostatečně rychlém zchlazení vzniká sklovitá hmota, při pomalejším chlazení se tvoří krystaly ze směsi minerálů. Pro některé účely se vláknina dluží při teplotě cca 1300°C. Výrobní linka produkuje (v závislosti na jemnosti vlákna) cca 15-35 kg/h. Důležití výrobci čedičových textilií jsou v současné

době např. v Rusku, na Ukrajině a v Číně. Celosvětová roční produkce se v roce 2008 odhadovala na 3000-5000 tun. Od roku 2009 měla v Číně produkovat nová výrobní linka s roční kapacitou 2000 tun filamentů o jemnosti 5,7  $\mu\text{m}$ . [8]

#### Vlastnosti čedičových vláken

- velký tepelný rozsah použitelnosti,
- nehořlavost, nízký obsah spalin,
- dobrá chemická odolnost,
- nízká tepelná vodivost,
- vysoký koeficient zvukové pohltivosti,
- vysoký elektrický odpor,
- dobrá odolnost proti UV záření. [5]

#### Křehkost čedičových vláken

Křehkost čedičových vláken je spojena s pevností v tahu. Vlákná s vysokou pevností bývají velmi křehká. Horninová vlákna jsou křehká a lámavá právě kvůli jejich nízké odolnosti v ohybu. Ke zjištění odolnosti se používá několik metod, nejpoužívanější je však stanovení pevnosti ve smyčce. U této metody se pro popis křehkosti používá poměr  $R$ , který vyjadřuje podíl průměru smyčky  $D$  a průměru vlákna  $d$ . [14]

#### Využití čedičových vláken

S využitím čedičových nekonečných vláken a čedičových textilií z nich zhotovených je možno počítat ve všech oblastech, kde se běžně dosud používají skleněná a používala azbestová vlákna. Vzhledem k tomu, že čedičová vlákna předčí svými fyzikálními, mechanickými a chemickými vlastnostmi vlákna skleněná i azbestová, je to základní předpoklad k jejich masivnímu rozšíření v technické praxi. Dalšími přednostmi jsou nezanedbatelné ekologické a zdravotní výhody proti obdobným vláknům. Především menší zátěž pro životní prostředí při výrobě a likvidaci a menší zdravotní riziko při zpracování a používání. [5]

#### Čedič ve stavebnictví

V posledních letech je ve stavebnictví čedič využíván jako zvuková nebo tepelná izolace s názvem ***kamenná vlna***.

Kamenná vlna vzniká tavením čediče v kupolové peci při teplotě nad 1500 ° C. Vznikne láva, která se při vytékání na rotující válce změní odstředivou silou na malé kapky, které odlétávají do usazovací komory. Kapky lávy se vlivem velké rychlosti natáhnou, a tím vznikne jemné vlákno - základ **izolace Rockwool**. Do tohoto vlákna se vstřikuje pojivo, vodoodpudivé přísady (hydrofobizační olej), protiplísňové a další přísady. Vlákno se rovnoměrně usadí na pás a pokračuje do vytvrzovací pece, kde se spolu s pojivem a všemi přísadami teplem vytvrzuje. Z vytvrzovací pece vychází pás kamenné vlny, který je upravován na potřebný rozměr. [13]

## 2.3 Polyuretan

Je to materiál, se kterým se každodenně dostáváme do styku. Nachází se například v matracích, v sedácích automobilů, na přístrojových deskách automobilů, ale tvoří i tvrdé case kalkulaček, ale i jiných přístrojů se složitějšími tvary.

### 2.3.1 Základní složky polyuretanu

Samotný polyuretan je materiál složený ze dvou základních složek.

Polyolová složka - směs uhlovodíků, která může obsahovat další přísady, v případě výroby kompozitů i vyztužující složku nebo pigment. Tato složka není samostatně člověku nijak nebezpečná při vdechování výparů. Je vysoce hydrofilní, což je nežádoucí jev. Při absorpci vody do materiálu vznikají ve struktuře konečného produktu nežádoucí bublinky. Je třeba skladovat sudy s polyolem na suchém místě ideálně při teplotě 20 °C.

Izokyanátová složka - hlavní sloučeninu tvoří NCO. Pokyny pro uskladnění výrobci udávají stejné jako u polyolové složky, avšak zpracování je pro člověka nebezpečnější. Existují oprávněné obavy z toho, že je materiál karcinogenní a mutagenní. Při jeho zpracovávání je zapotřebí používat respirátor s filtry A2, které jsou schopny filtrovat tyto nebezpečné izokyanátové výpary. Izokyanáty se zpracovávají při teplotách kolem 20°C – 30°C kdy tenze par jsou nízké. Tato složka, stejně jako polyol, může být předmíchána podle určitého klíče s 1,3 propandiolem nebo s 1,4 butandiolem pro

usnadnění smíchání potřebné směsi. Z takto předsmíchaných složek lze však namíchat již jen jednu tvrdost.

Po dokonalém smíchání složek dochází k polyreakci typické pro polyuretany. Je to polyadiční exotermická reakce, při níž dochází k tzv. zasíťování materiálu.



Obr. 2.5: Skladování komponent polyuretanu

### 2.3.2 Druhy polyuretanu

#### Polyuretanové elastomery

Jsou to materiály, které jsou schopny plně nahradit jakékoliv výrobky z gumy, přičemž jejich vlastnosti gumu několikrát předčí. Jsou mnohem více otěruvzdorné, tažné, mají delší životnost. Tyto materiály se používají pro náročnější aplikace.

**Základní rozdělení elastomerů**

1. Polyetherové typy – používají se pro aplikace, kde jsou díly dynamicky namáhány, disponují vysokou odolností při nízkých teplotách. Odolávají hydrolýze. Mají nízkou viskozitu a specifickou hmotnost.
2. Polyesterové typy – jsou odolnější olejům a různým rozpouštědlům
3. MDI typy – jejich izokyanáty mají nižší tenze par a často mají vyšší odolnost (vulkolan)
4. TDI typy – výrobky jsou méně citlivé na vlhkost, mají kratší dobu odformování, mají nižší vytvrzovací teplotu.

Dále existují ještě další materiály, které nejsou tak často používané, proto zde nebudou uváděny.

Tvrdost elastomerů se zpravidla pohybuje od 10 ShA, což je měkčí než guma, do 85 ShD, to je vyšší tvrdost, než má golfový míček. Nejčastější tvrdost materiálu v technické praxi je cca 92 ShA. To je tvrdost materiálu známého jako vulkolan (obchodní název).[11]



Obr. 2.6: Elastomerní výrobky

### Integrální pěny

Díky svým vlastnostem nabízejí alternativu pro tradičně používané materiály jako je kov, plast nebo dřevo. I zde se směs míchá ze dvou složek. Používají se uzavřené tlakové formy. Díky tlaku se na povrchu výrobku vytvoří masivní homogenní vrstva, ale uvnitř výrobku je zachována buněčná struktura. Tato pěna se může použít například na tuningové díly pro automobily, kde se sleduje nízká hmotnost při vysoké houževnatosti, nebo na dorazy automobilových tlumičů, které musí být odolné vodě nebo soli.





Obr. 2.7: Integrální pěna

#### Tvrdé polyuretanové pěny

Používají se proti tepelným ztrátám. Mají velice malou tepelnou vodivost. Pěna je vysoce sít'ovaná, má uzavřené póry. Je to výborný tepelně izolační konstrukční materiál. V praxi se používá jako izolace tlakových nádob (bojlerů), izolace ledniček nebo vyplňuje mezeru mezi okenním rámem a zdí ještě před finální zednickou úpravou.

#### Měkké polyuretanové pěny

Tyto pěny obklopují každodenně téměř každého jedince. Vyskytují se v matracích, v sedácích automobilů nebo v kancelářských židlích. Pěny mohou být vyráběny v blocích kontinuálním nebo diskontinuálním způsobem. Častěji však jsou vyráběny ve formách, které jsou negativy konečného výrobku. Pěny mohou být nabízeny též s protipožární úpravou nebo se zvláštními viskoelastickými vlastnostmi (líná pěna). Měkké pěny v poslední době nahrazuje latex, protože je to přírodní, případně přírodně identický materiál.

### Kompozity s PUR matricí

Kompozity jsou PUR systémy, které se v kombinaci s plnivý, krátkými, dlouhými nebo nekonečnými vlákny zpracovávají na tvarované díly nebo povrchové úpravy. Polyuretan se na výztuž nanáší rozprašováním, litím, lisování za mokra nebo jinými způsoby. Tato třída materiálů se vyznačuje především svými excelentními mechanickými vlastnostmi, jakož i vysokou rázovou houževnatostí i při extrémně nízkých teplotách. Používají se například pro ochranu proti korozi a opotřebování, vyztužení, technické zboží a tvarované díly, tepelnou a elektrickou izolaci, vysoce výkonné konstrukční díly v automobilech, nebo v užitných vozidlech. Z kompozitů z tvrdé integrální pěny lze vyrábět nejrůznější díly pro automobilový průmysl. Např. přístrojové desky, zadní spoilery lakované v barvě vozu nebo skořepiny autosedaček. [7]

## **2.4 Stupnice tvrdosti Shore**

Stupně shore se používají pro označování tvrdosti polyuretanů pryže nebo plastů. Pro zjištění tvrdosti se používá měření výšky odrazu zkušebního tělíka. Jedná se o dynamicko-elastickou zkoušku. Tato metoda je však použitelná pouze pro velkoplošné výrobky. V praxi se využívají tvrdoměry, které do materiálu vtlačují hrot a podle hloubky vtlačení je možné na displeji nebo na stupnici odečíst tvrdost materiálu.



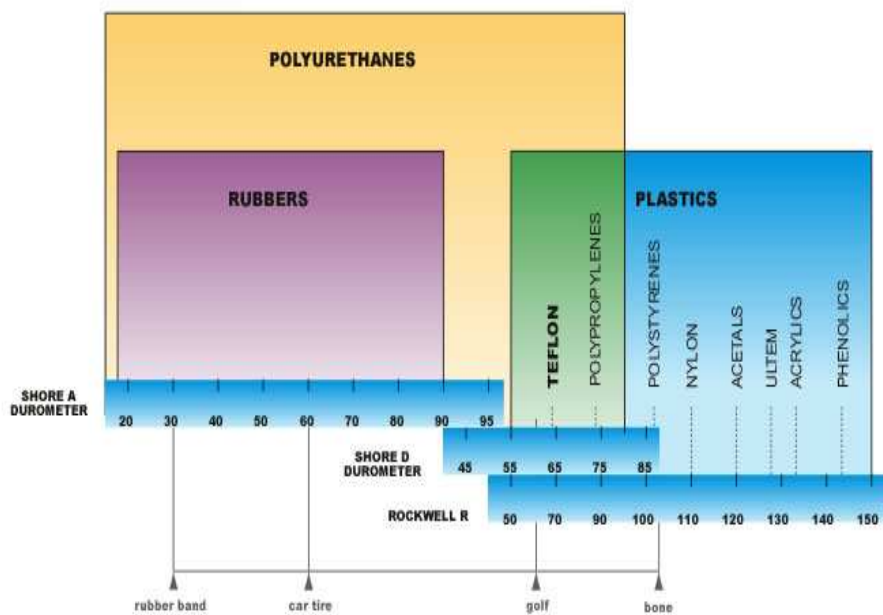


Obr. 2.8: Nejčastěji používané tvrdoměry pro plasty

Stupnice Shore má tři základní řady:

Tvrдость je schopnost materiálu působit odpor vnikajícímu tělesu

1. Stupnice Shore A (ShA) – používá se pro měření měkkých materiálů, zkušební těleso je tupý hrot.
2. Stupnice Shore D (ShD) – používá se pro měření tvrdších materiálů a běžných polymerů. Zkušební těleso je ostrý hrot.
3. Stupnice Shore C (ShC) – Používá se pro měření tvrdosti pěn. Protože je materiál velice měkký, jako zkušební těleso se používá ocelová kulička.



Obr. 2.9: Stupnice tvrdosti shore [6]

## 2.5 Dynamicko–mechanická analýza (DMA)

### 2.5.1 Teorie pružnosti

Jsou-li tuhá tělesa vystavena náhlému, konstantnímu nebo periodicky proměnnému zatížení, vytváří se v materiálu napětí, která vedou jednak k dokonalé pružné deformaci, jednak k plastickým změnám tvaru, nebo také ke křehkému nebo plastickému lomu.

Je-li vnější namáhání malé, může zobecněný Hookův zákon sloužit k výpočtu změn délky a příčného zkrácení v dostatečně lineárním přiblížení. Přibližně do 1 – 2% deformační křivky.

U polymerních materiálů je klasická teorie pružnosti použitelná jen pro malá, velmi krátkodobě působící napětí. U orientovaných polymerů se také uplatňují účinky anizotropie.

Záznam mezi napětím a protažením nazýváme tahovou křivkou. Obvykle se tato křivka získává na trhacím stroji, který umožňuje vyvození konstantní rychlosti deformace. Podobně můžeme zaznamenat i křivku při klesající deformaci. Liší-li se zatěžovací křivka od křivky odtěžovací, hovoříme o hysterezi. Je-li těleso při zkoušce v tahu deformováno působením napětí a protažení, bude se vynaložená práce při zatěžování rovnat integrálu pod křivkou. Vynaložená práce se při odtížení získá částečně zpět. Obě energie se liší o plošný obsah hysterezní smyčky.

Deformační práce se skládá z pružného podílu a ze ztrát proměněných v teplo. Vedle dokonale pružné deformace dochází k vratnému toku. Při vratné deformaci se vynaložená práce uchovává v tělese, a to částečně jako potenciální energie (pružná deformace spojená s absorpcí vnitřní energie), částečně jako snížení entropie, k němuž při deformaci dochází. Vedle konstantní rychlosti deformace můžeme volit konstantní zatížení nebo konstantní deformaci. Při konstantním zatížení dochází vedle okamžité elastické deformace k postupnému protahování vzorku, avšak rychlost protahování se postupně zpomaluje. Po uvolnění zase naopak dochází k postupné kontrakci vzorku. Při konstantní deformaci dochází naopak s časem k poklesu napětí.

Při zkoušce v tahu se pozoruje u polymerů téměř ve všech případech tok, který je sice někdy velmi malý, ale vždy znatelný. Konstantní rychlost toku můžeme sledovat zvláště u velkých zatížení. Protože po odtížení tato část deformace zůstává zachována, jde o nevratný tok.

K úplnému vyšetření polymerního materiálu jsou nutné zkoušky s periodicky proměnným namáháním. Kmitočtová oblast je v rozsahu  $10^{-2}$  Hz až  $10^7$  Hz. Pokusy se provádějí s periodicky proměnným tahovým nebo tlakovým napětím, na torzních přístrojích, nebo se měří rychlost zvuku.

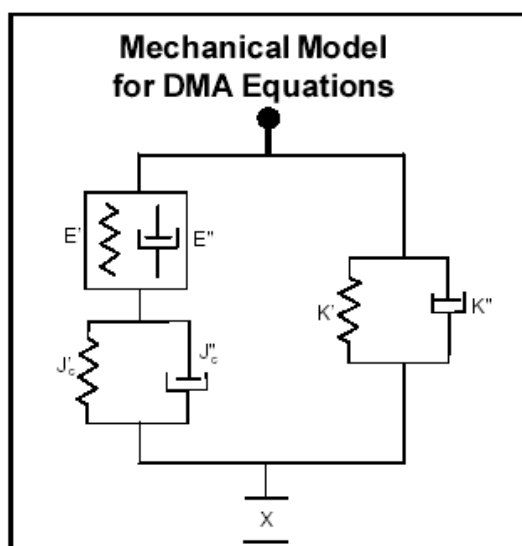
Rozlišují se:

1. Měření rezonančního kmitočtu a útlumu volných kmitů, při němž se zvětšují hmoty kmitajících vzorků známo hodnoty, aby se dosáhlo zvláště nízkých rezonačních kmitočtů.
2. Určení amplitudy a fázového posunutí vynucených kmitů. Tyto postupy slouží k zjištění relaxačních dob a konstant pružnosti polymerů.

Přehledné znázornění komplexních konstant pružnosti, popř. poměru deformace a napětí, dostaneme zobrazením kmitočtových charakteristik v Gaussově rovině. Úhel  $\varphi$  mezi reálnou osou a bodem daným kmitočtem  $\omega$  na křivce udává fázové posunutí, kdežto velikost polohového vektoru udává poměr napětí a deformace, tedy velikost modulu  $E$ .

### 2.5.2. Princip metody DMA

Dynamická mechanická analýza (DMA) je jedna z nejcitlivějších technik schopná charakterizovat a interpretovat mechanické chování materiálu. Podstata metody DMA je založena na sledování viskoelastické odezvy materiálu podrobeného malému oscilačnímu napětí. Metoda odděluje viskoelastickou odezvu materiálu na dvě komponenty modulu ( $E^*$ ): reálná část, která reprezentuje elastický modul ( $E'$ ) a imaginární část, která představuje útlumovou nebo viskozitní složku ( $E''$ ). Celkový tzv. komplexní modul je  $E^* = E' + iE''$ . Tato separace měření do dvou komponent popisuje dva nezávislé procesy uvnitř materiálu: elasticitu (vratná složka) a viskozitu (ztrátová, disipační energie). To je základní princip DMA, který ji charakterizuje na rozdíl do ostatních metod testování mechanických vlastností látek. Mechanický model pro rovnici popisující zkoušku DMA je na obrázku. (obr 2.10)



Obr 2.10: Mechanický model pro rovnici popisující zkoušku DMA

$$G^* = G' + iG'' \quad (1)$$

$$E^* = E' + iE'' \quad (2)$$

$$J_c^* = J_c' - iJ_c'' \quad (3)$$

$$K^* = K' + iK'' \quad (4)$$

### **2.5.3. Popis metody DMA**

Základem přístroje jsou dvě vyvážená rovnoběžná ramena, uložená na speciálních čepech, umístěných blízko středu ramen. Čepy jsou vysoce přesné torzní pružiny. Mezi ramena se do speciálního držáku upíná vzorek, který vytváří rezonanční systém. Rezonančním systémem je myšlena rezonanční frekvence závislá na modulu a geometrii vzorku. Celé zařízení je umístěno v termostatovaném prostředí, což umožňuje jak izotermní měření tak měření při změně teploty, obvykle od – 150 do 500 °C.

Deformace vzorku je způsobena dvěma protichůdnými momenty stejné velikosti, které působí na protilehlé konce vzorku upnutého do svorek.

Pomocí DMA můžeme charakterizovat polymerní materiál závislostí modulu a útlumu neboli ztrátového úhlu na teplotě popřípadě na čase. Tím poskytuje základní údaje o mechanických vlastnostech, které mají přímý vztah ke zpracování a především ke zpracovatelnosti a použitelnosti výrobku. Metoda DMA je citlivá na posuzování sekundárních přechodů v polymerech.

DMA lze použít k určení:

- teploty skelného přechodu, bodu měknutí a tání
- mechanických ztrát v materiálu (charakterizuje jeho tlumící schopnost)
- tečení metodou krípu (postupná změna rozměrů materiálu při zatížení)
- dlouhodobou teplotní stabilitu (stárnutí materiálu) [9]

### 3.EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST A DISKUZE VÝSLEDKŮ

#### 3.1 Popis přípravy vzorků

Pro přípravu kompozitů byla jako výztuž použita skleněná a čedičová vlákna. Skleněná vlákna měla délku cca 1 cm a jemnost 0,26 dtex. Tato vlákna se používají k laminaci. Čedičová vlákna měla různé délky a jemnost 0,14 dtex. Používají se do zateplovacích systémů. Tato výztuž byla zalita polyuretanovým materiálem od anglické firmy hyperlast. Jedná se o TDI elastomer. Jeho produktové listy jsou uloženy v příloze č. 1. Vlákna před zalitím bylo potřeba ojednotit, aby nedocházelo ke tvorbě shluků. K tomuto účelu byl použit mlýnek, který je běžně k dostání v jakémkoliv growshopu.



Obr 3.1: Mlýnek pro ojednocování vláken

#### 3.2 Výroba forem a modelů

Pro dosažení nejlepších výsledků bylo potřeba připravit přesné formy. Pro 3D kompozity byla forma velice jednoduchá. Jako materiál pro výroby byla použita bezešvá trubka o vnitřním průměru 42 mm a do trubky byl vložen vnitřní trn o průměru

30 mm. S použitím vhodného tácku obrobeného na soustruhu SUI 18 vznikl výrobek ve formě trubky. Na tento výrobek nebyla nutná výroba modelu.

Dále byly vyráběny proužky pro testování na přístroji DMA DX04T a trhací zkoušku. Zde byly potřeba dodržet stanovené a předem domluvené rozměry. Výroba modelů probíhala na frézce Wolman. Materiál na modely byl zvolen polyetylen. Na modely lze však použít každý materiál, který nereaguje s adičním silikonem.



Obr 3.2: Výroba modelu

Po výrobě modelu přichází na řadu výroba samotných forem. Modely byly nalepeny na polyesterový podklad a kolem byla zhotovena ohrádka, která brání přetékání formovacího materiálu. Formovací materiál byl ze silikonu. Jedná se o adiční silikon, který po zasíťování již nevydává žádné emise. Po odplynění silikonu ve vakuové komoře byly modely zality. Pro urychlení síťování je možné vložit celou formu do pece, ale pouze na teplotu cca padesát stupňů. Síťování silikonu trvalo přibližně jednu až dvě hodiny. Po uplynutí tohoto času je možné formy začít používat.



### 3.3 Výroba kompozitních vzorků.

Po namíchání polyuretanu správné tvrdosti bylo nutné mít již připravenou výztuž ve formě vláken v jednotlivých kelímcích. Vlákná byla přesně navážena a poté zalita správným množstvím polyuretanu. Po jejich dokonalém smíchání, kdy bylo nutné dbát i na minimální zanesení nežádoucích bublinek, bylo možné nalít je do připravených forem. Formy byly přehřáté na teplotu 80 stupňů. To je teplota, při které síťuje zvolený elastomer. Vyjmutí z forem je možné asi po dvaceti minutách. Po této době by měl být elastomer plně zasíťovaný. Nicméně polymerizační proces probíhá ještě dalších dvanáct hodin při teplotě 80 °C.



Obr 3.3: Kompozitní výrobky a použité formy



### 3.4 Zvolené tvrdosti a koncentrace

Požitý elastomer je schopen po správném namíchání dosahovat tvrdostí od 55 ShA do 55 ShD.

Tabulka 1: Použité tvrdosti a koncentrace kompozitu

55ShA	Bez výztuže	1% čediče	2% čediče	1% skla
65 ShA	Bez výztuže	1% čediče	2% čediče	1% skla
75 ShA	Bez výztuže	1% čediče	2% čediče	1% skla
85 ShA	Bez výztuže	1% čediče	2% čediče	1% skla
95 ShA	Bez výztuže	1% čediče	2% čediče	1% skla



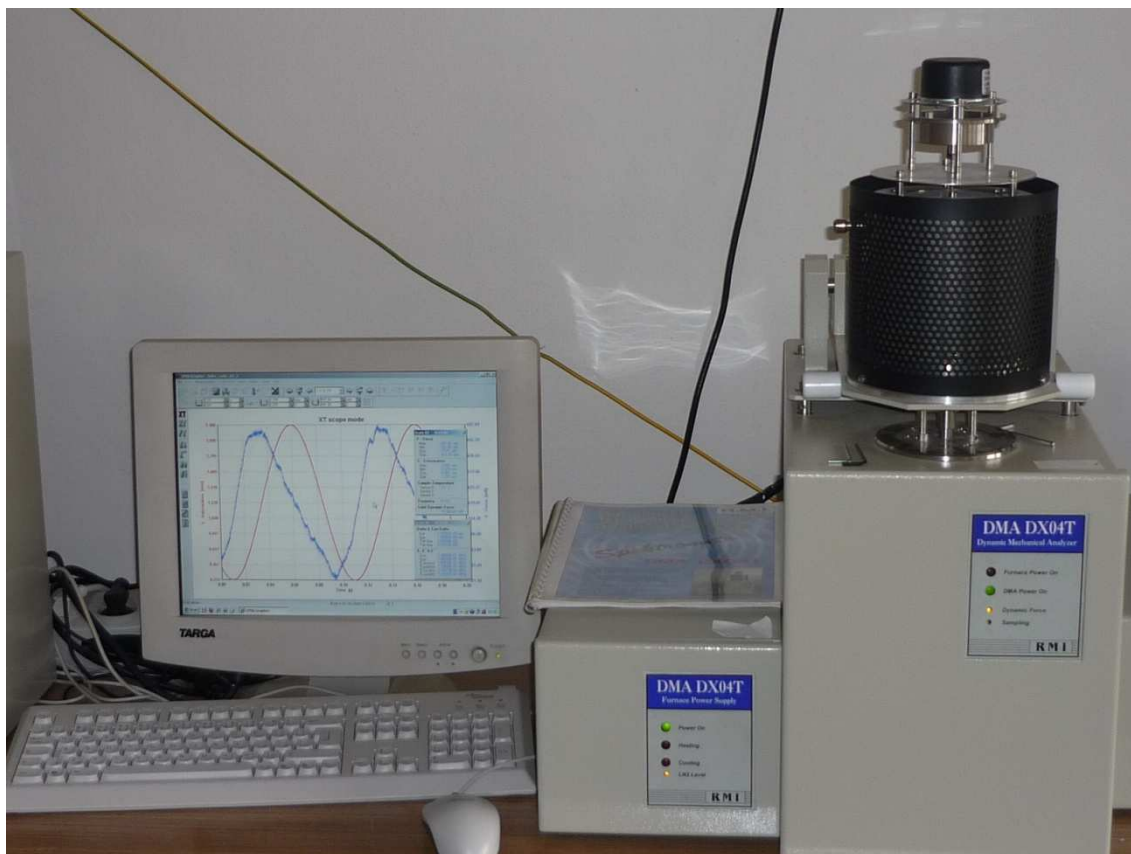
Obr 3.4: Vzorčky připravené pro testování

### 3.5 Testování kompozitních materiálů

Pro experiment byly zvoleny dvě zkoušky: trojbodý ohyb a zkouška v tahu.

#### 3.5.1 Trojbodý ohyb (3 point bending)

Experiment probíhal na přístroji DMA DX04T. Cílem bylo zjistit ztrátový úhel  $\tan \delta$  a komplexní modul pružnosti  $E$  pro výše zmiňované vzorky. Měření probíhalo při frekvenci 10 Hz a byla zde sledována závislost dynamicko-mechanického namáhání na tvrdosti matrice a množství výztuže. U vzorků s nejměkčí maticí bylo nutné snížit frekvenci na 1 Hz. Přístroj nebyl schopen naměřit jednu ze složek při vyšší frekvenci.



Obr 3.5: Přístroj pro měření DMA

Přístroj DMA DX04T umožňuje měřit celý průběh skutečné síly působící na vzorek a celý průběh deformace vzorku, z těchto hodnot následně vypočítat mnoho údajů, například obě složky komplexního modulu  $E'$ ,  $E''$  z jejich průběhů ztrátový činitel  $\tan \delta$ . Na rozdíl od přístrojů jiných firem (jak uvádí firma R.M.I.) je přístroj schopen zobrazovat hysterezní křivku, ze které lze zjistit energetické ztráty v materiálu.

Přístroj je plně řízen standardním PC. Pro tvorbu grafů a vyhodnocení dynamicko-mechanické analýzy je používán program DMA Grapher. Dynamicko-mechanický analyzátor DMA DX04T umožňuje současnou aplikaci dvou různých metod k určení průběhu modulu a ztrátového úhlu.

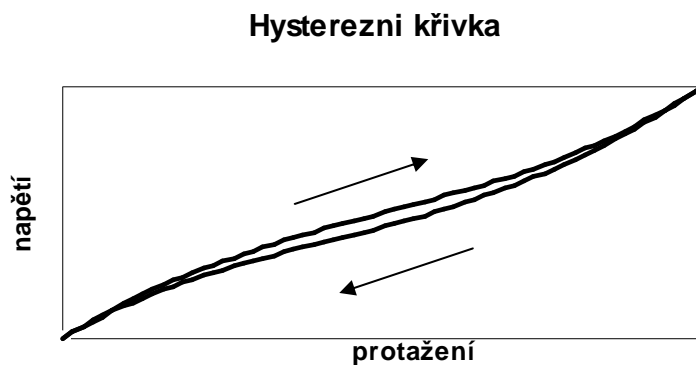
První metoda je přímé určení modulu z amplitudy kladné a záporné půlvlny síly a deformace (získáme dvě křivky modulu -  $E_{UP}$ ,  $E_{DN}$ ) a určení ztrátového úhlu z fázového posunu mezi náběžnými a sestupnými hranami průběhů síly a deformace (získáme opět dvě křivky ztrátového úhlu  $\text{tg}\delta_{UP}$ ,  $\text{tg}\delta_{DN}$ ), přičemž příslušné dvojice křivek v případě správného měření splývají.

Druhá metoda je založena na zcela odlišném principu - data se zpracují pomocí FFT (Fast Fourier Transform) a výsledkem je průběh modulu a ztrátového úhlu v závislosti na teplotě nebo na čase pro každou harmonickou složku. Porovnání výsledků obou metod již v průběhu měření dává perfektní možnost rychlé a snadné kontroly správnosti měření. [9]

### Hysterezní křivka

Vlákna jsou schopna ve větší nebo menší míře vracet se po deformaci do původních rozměrů a původního tvaru. Cyklickým zatěžováním a odlehčováním vláken zůstává určitá deformace vláken trvalá. Dalším zatěžováním neprobíhá proces deformace vlákna stejně a po uvolnění napětí se vlákno nevrací zpět do původního stavu. Dokonale elastické vlákno by se vracelo stejnou cestou do původního stavu a do původních rozměrů. U nedokonale pružných vláken se uvolňuje jen část energie vložené do vlákna při deformaci.

Křivky napětí-tažnost jsou při zatěžování vlákna odlišné od křivek napětí-tažnost při uvolňování napětí a vzniká hysterezní smyčka viz. obr. 3.11. Plocha smyčky hystereze udává rozdíl v množství spotřebované a navrácené energie. Čím je plocha smyčky větší, tím více energie zůstává po deformaci ve vzorku. Energie se mění na teplo. [10]



Obr 3.6: Hysterezní křivka

### Praktické využití přístroje DMA DX04T

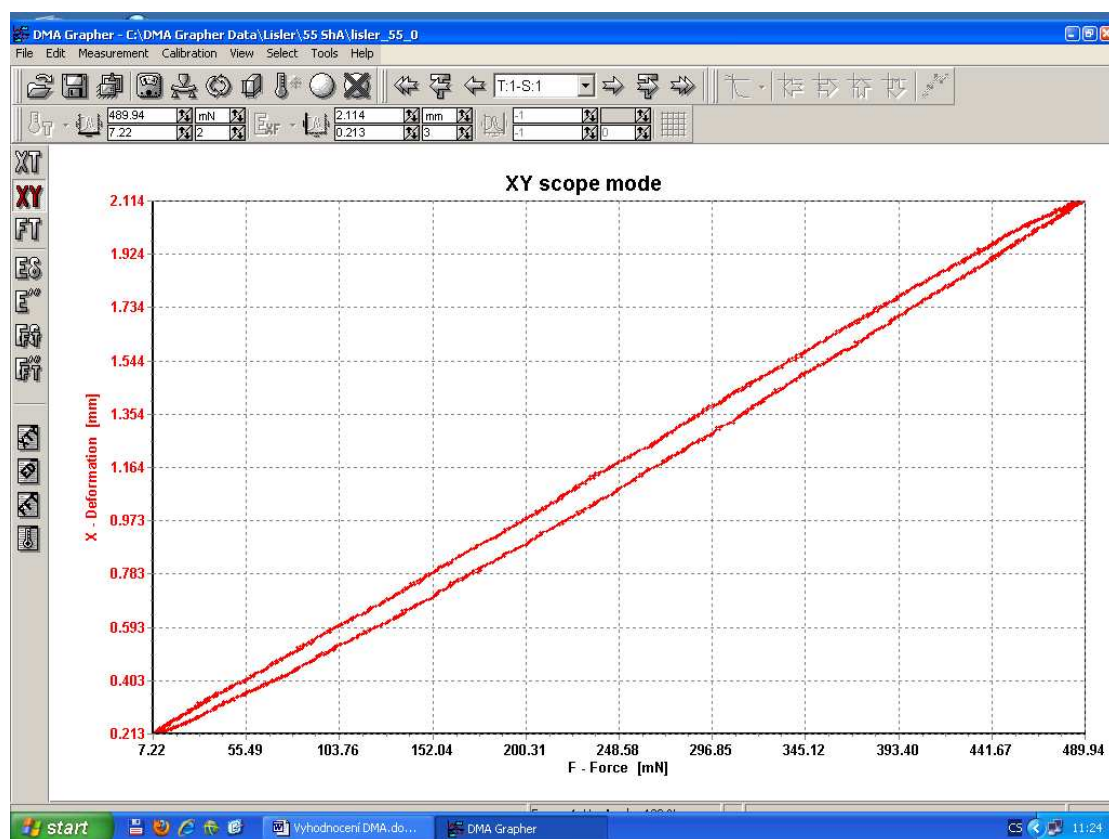
Tento přístroj je schopen měřit ve všech standardních deformačních modech (tlak, tah, tříbodový ohyb, jednoduchý a dvojitý vetknutý nosník a smyk). Přístroj nám poskytuje velice přesná data ve velice krátkém čase, s velice dobře reprodukovatelnými výsledky. Přitom není potřeba vynakládat příliš velkou námahu na přípravu měření. Proto se s jeho pomocí měří především jakost textilních materiálů a kompozitů. Pro ostatní materiály se používají přístroje s jiným rozsahem.

#### 3.5.2 Postup měření DMA

Vzorek o velikosti 10 x 55 byl vetknut do čelistí, byly nastaveny vstupní parametry. U všech vzorků bylo potřeba před začátkem měření nastavit předpětí, které je nutné pro správnou funkci a přesné měření. Vzorek byl měřen za pokojové teploty (cca. 25°C). Po skončení měření se grafy vyhodnotily pomocí programu DMA Grapher.

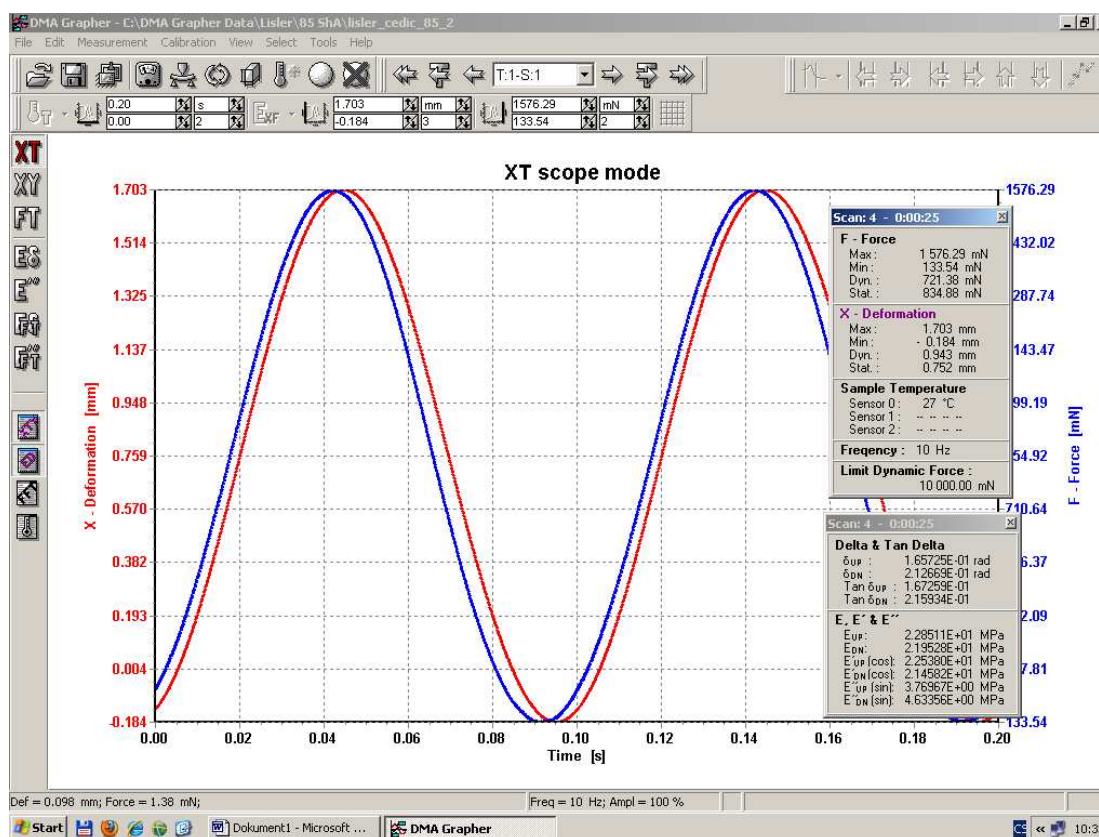


Obr 3.7: Způsob upnutí vzorků do čelistí

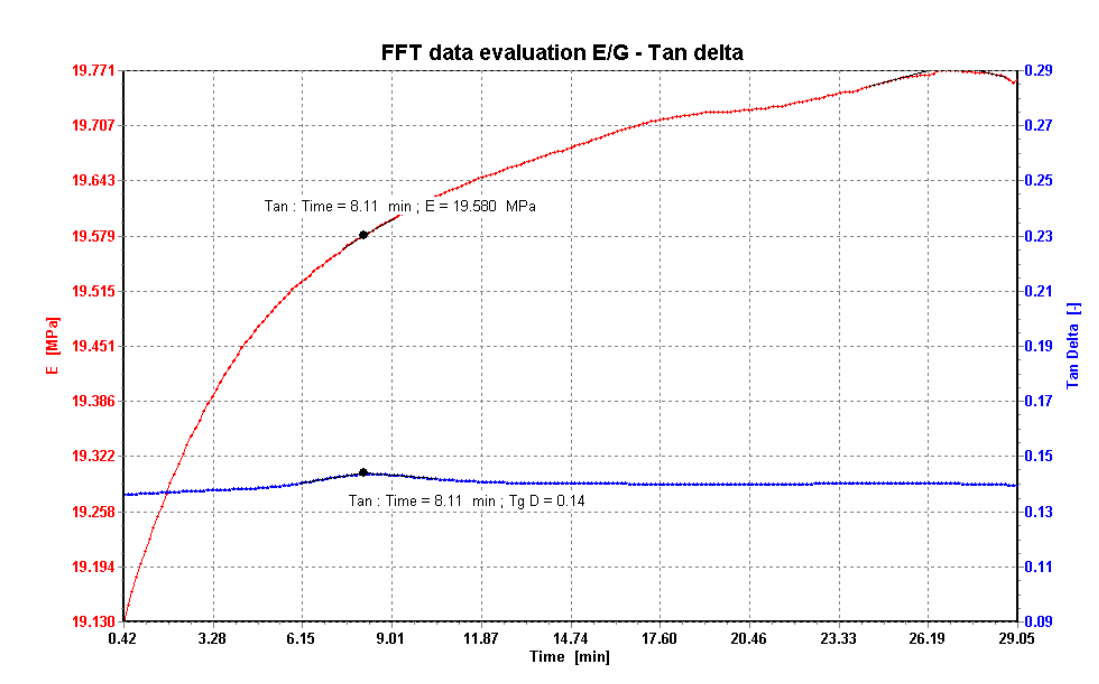


Obr 3.8: Hysterezní smyčka pro 55 ShA bez výztuže

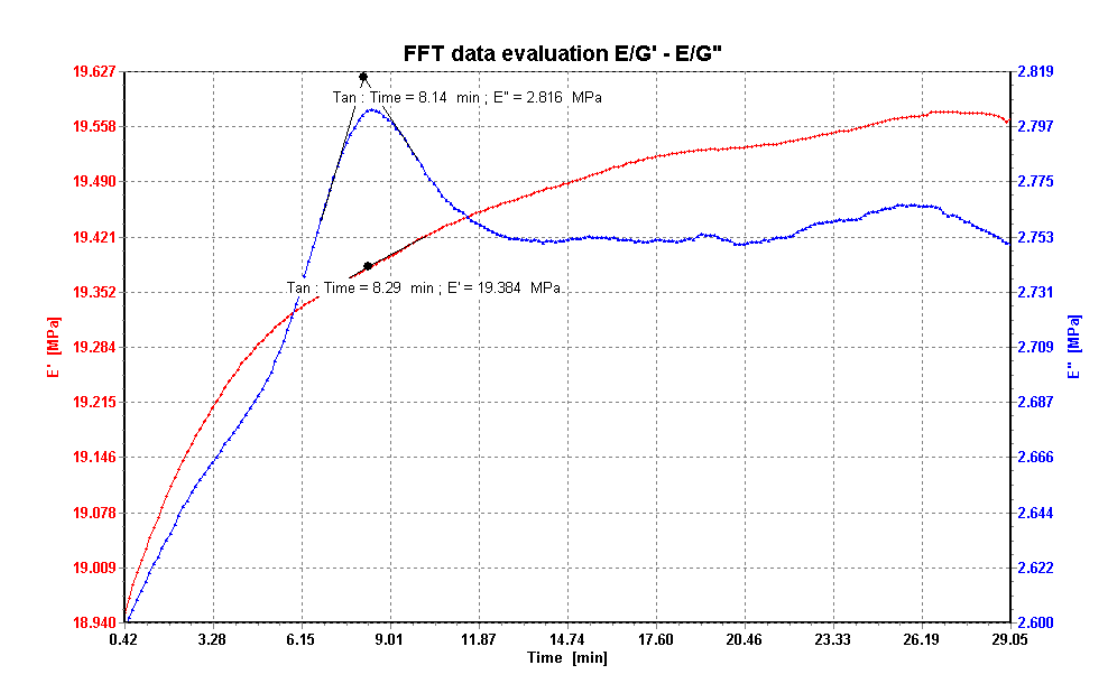




Obr 3.9: Příklad osciloskopického módu ukazuje skutečné průběhy deformace a síly na vzorku

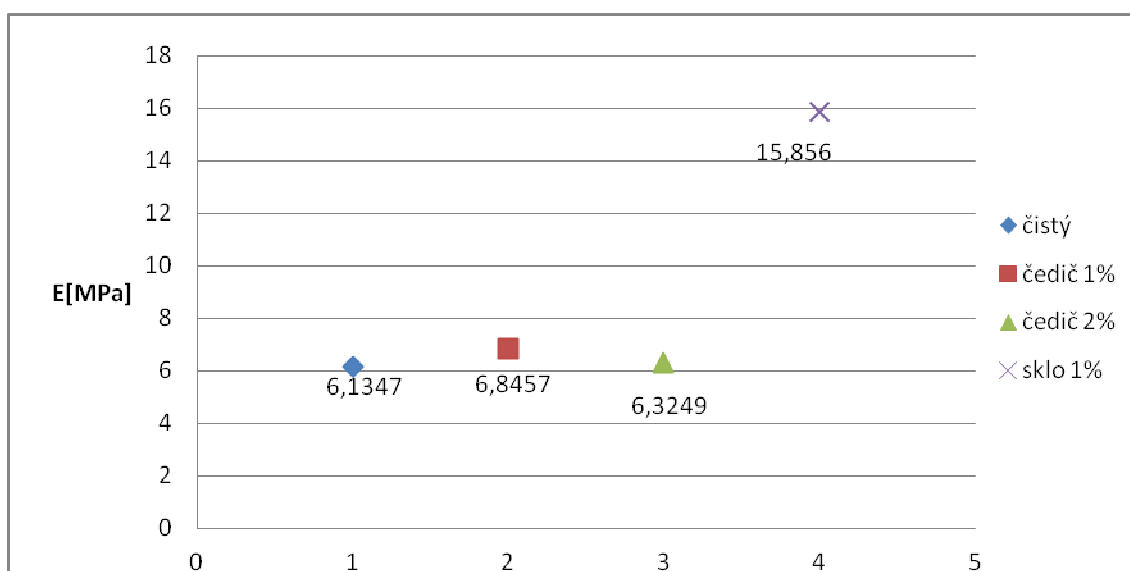


Obr 3.10: Graf vlivu frekvence na komplexní modul pružnosti  $E$  a ztrátový činitel  $\tan \delta$  pro 85 ShA s 2% čediče.

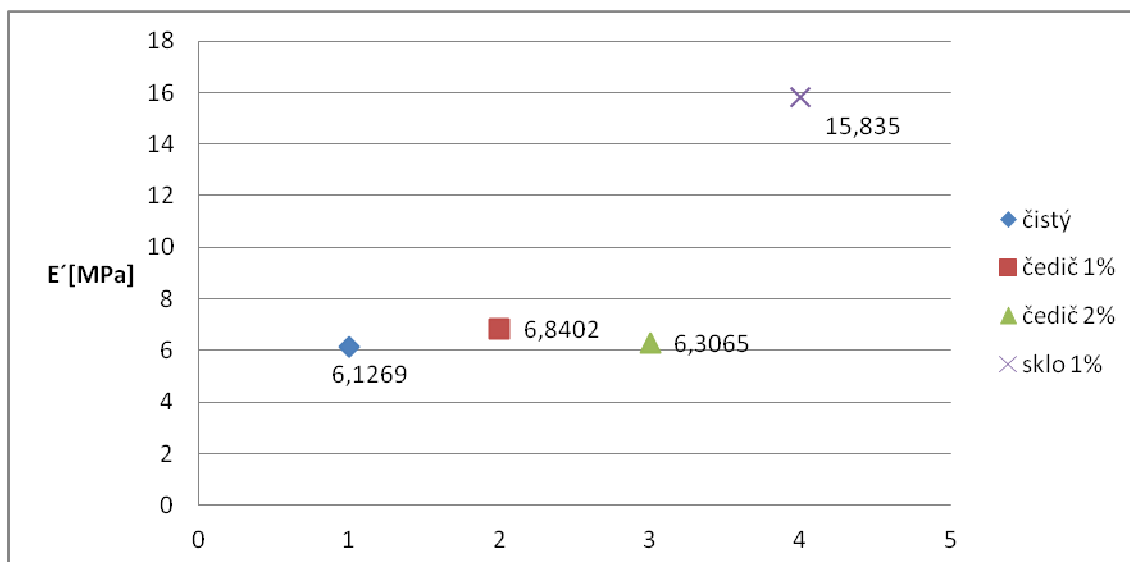


Obr 3.11: Graf závislosti reálné  $E'$  a imaginární  $E''$  složky modulu pružnosti pro 85 ShA s 1% čediče

Výsledky jednotlivých měření jsou uvedeny v příloze číslo 2 na přiloženém paměťovém médiu.

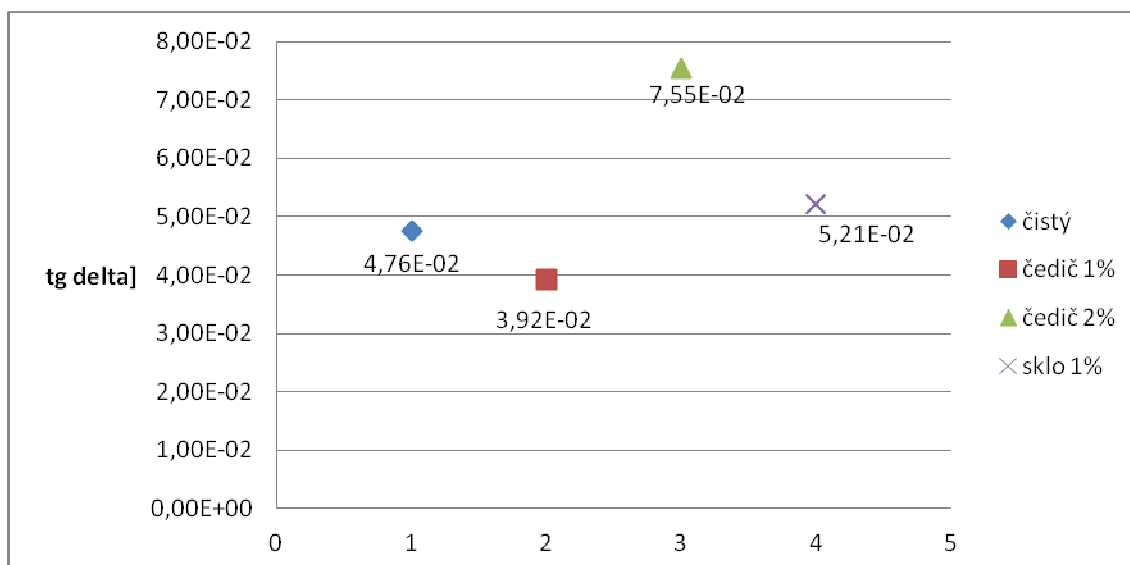


Obr 3.12: Komplexní modul pružnosti pro materiály s rozdílnou koncentrací výztuže pro tvrdost 55 ShA



Obr 3.13: Imaginární složka modulu pružnosti s rozdílnou koncentrací výztuže pro 55 ShA.

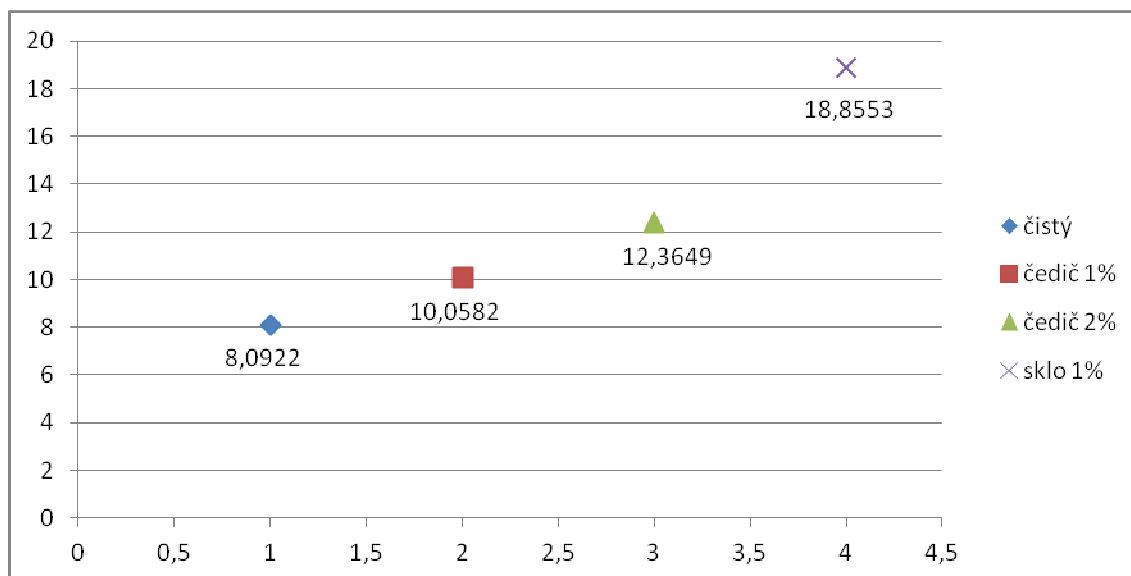
Všechny hodnoty  $E$  a  $E''$  nabývaly ve všech případech podobných hodnot, to znamená, že při měření převažuje elastická deformace nad plastickou. Proto zde nebudou uváděny a grafy  $E''$  jsou uloženy v příloze číslo 3.



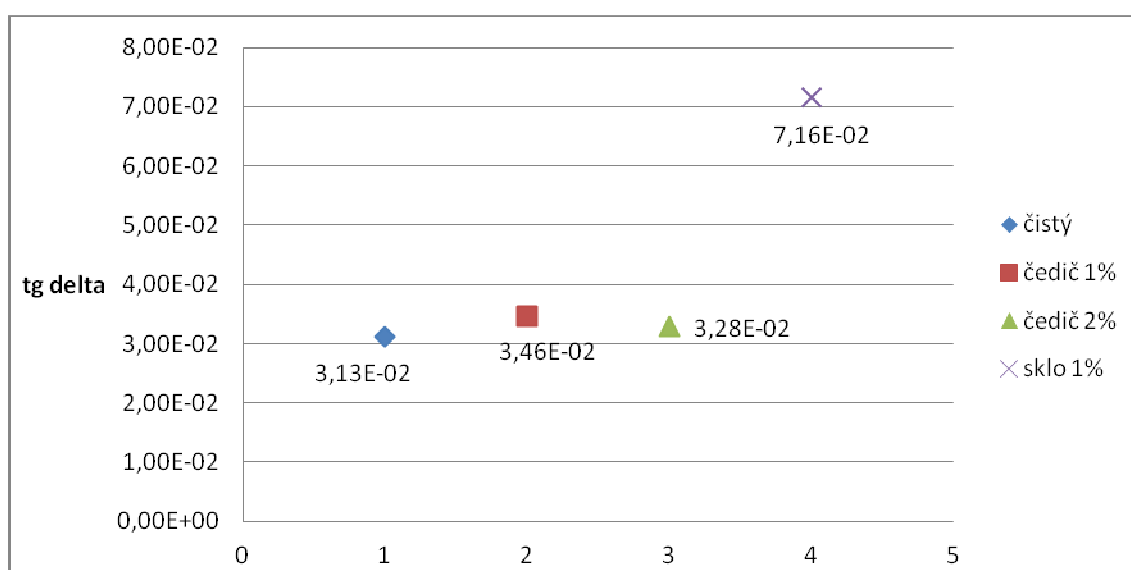
Obr 3.14: Ztrátový úhel  $\tan \delta$  pro rozdílné koncentrace výztuže pro tvrdost 55 ShA

Na první trojici grafů (3.12 a 3.13) lze pozorovat téměř vyrovnané hodnoty  $E$  pro vzorky bez výztuže a s výztuží 1% a 2% čediče, ale již s 1% skla tato veličina roste.  $\tan \delta$  (3.14) nabývá nejvyšší hodnoty pro 2% obsahu čedičové výztuže.



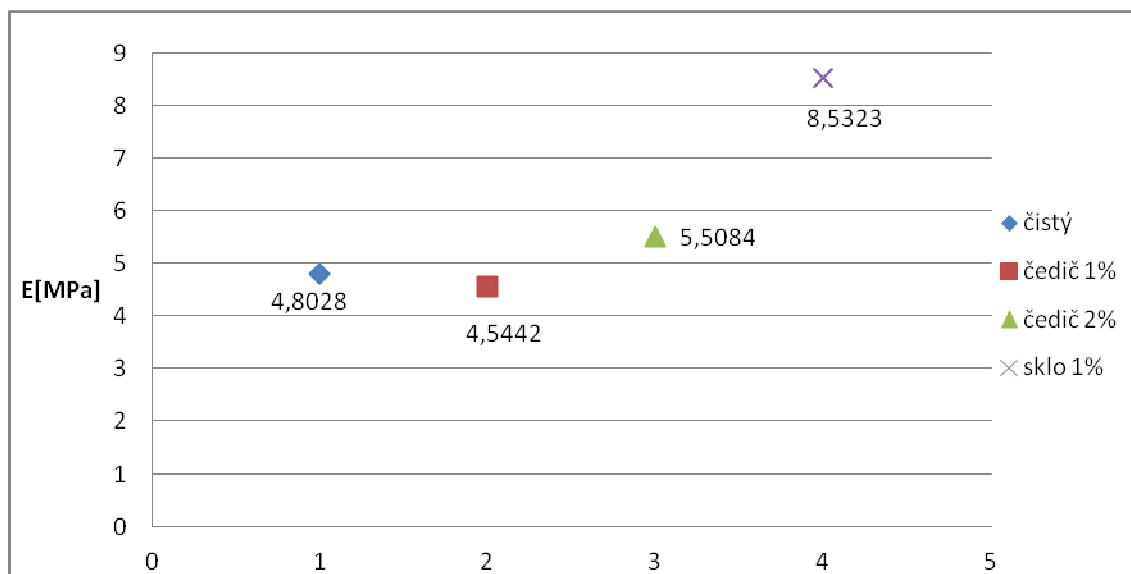


Obr 3.15: Komplexní modul pružnosti pro materiály s rozdílnou koncentrací výztuže pro tvrdost 65 ShA

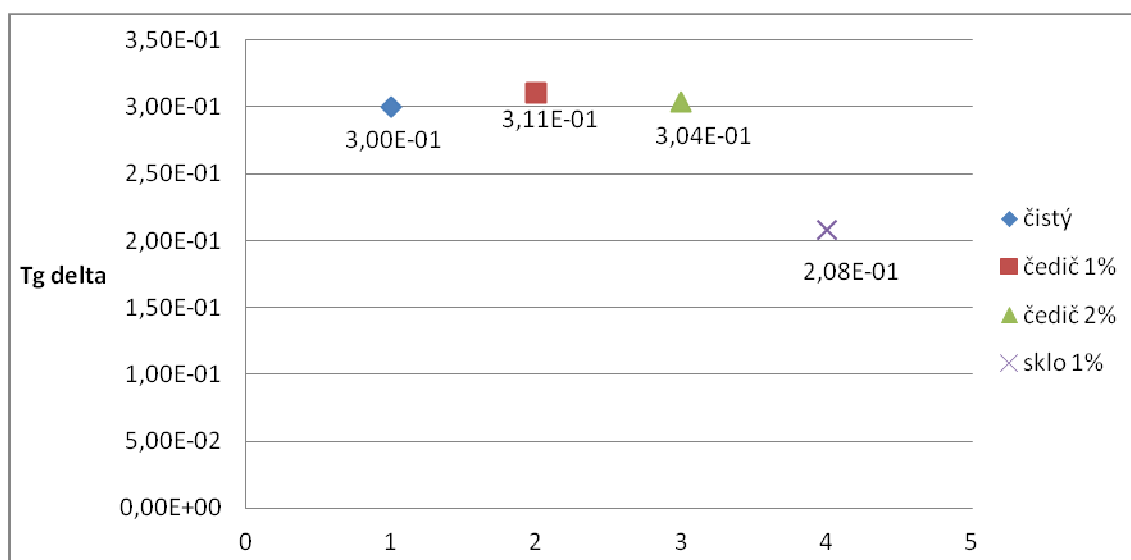


3.16: Ztrátový úhel  $tg\delta$  pro rozdílné koncentrace výztuže pro tvrdost 65 ShA

Tato dvojice grafů (3.15 a 3.16) ukazuje téměř lineární růst  $E$ , přičemž kompozit se skleněnou výztuží nabývá opět nejvyšší hodnoty.  $Tg\delta$  pro kompozit s čedičovou výztuží vykazovalo podobné hodnoty a pro skleněnou výztuž hodnoty mnohem vyšší.

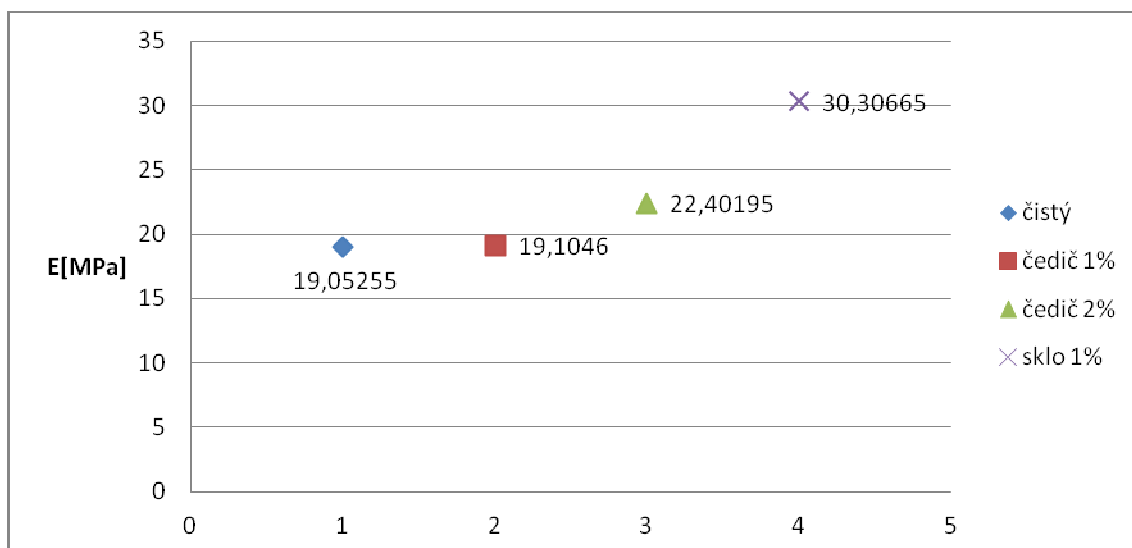


Obr 3.17 : Komplexní modul pružnosti pro materiály s rozdílnou koncentrací výztuže pro tvrdost 75 ShA

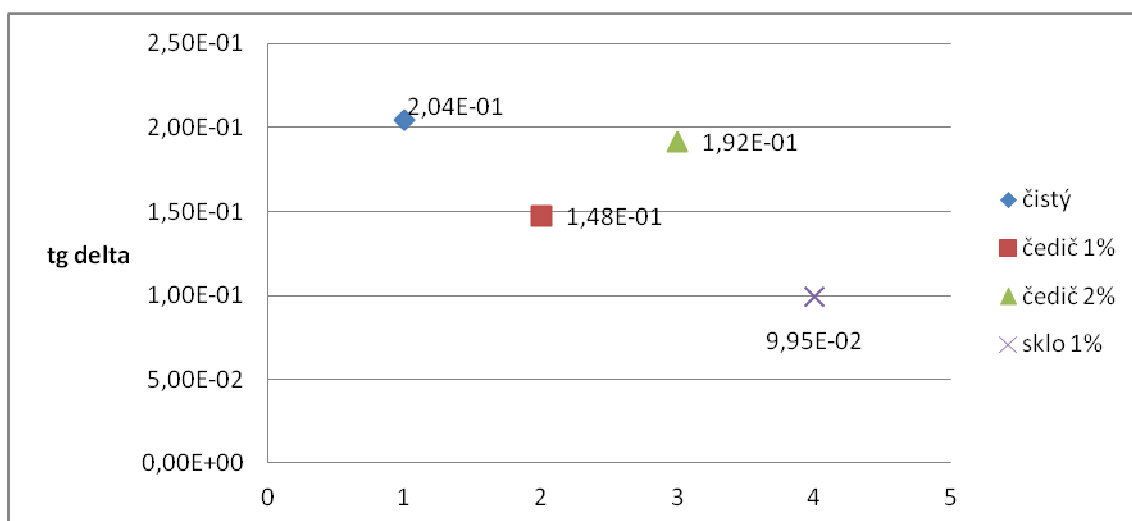


Obr 3.18: Ztrátový úhel  $tg\delta$  pro rozdílné koncentrace výztuže pro tvrdost 75 ShA

Další dva grafy (3.17 a 3.18) pro tvrdost 75 ShA znázorňují tradiční průběh modulu pružnosti se stoupající tendencí pro jednotlivé materiály. Tyto hodnoty jsou však nižší než pro vzorky s matricí nižší tvrdosti. Hodnoty by měly stoupat. Zřejmě je to způsobeno chybně namíchanou matricí. To se může snadno stát při míchání takto malého množství materiálu. Ztrátový úhel  $tg\delta$  má podobný průběh jako v prvním případě, tedy pro vzorek se skleněnou výztuží je jeho hodnota výrazně nižší než pro ostatní vzorky.



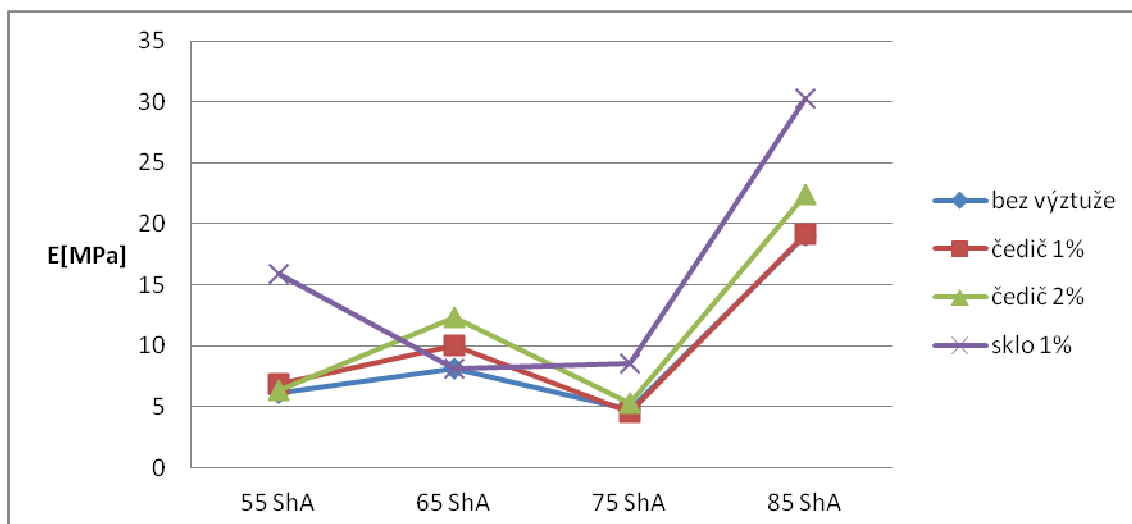
Obr 3.19: Komplexní modul pružnosti pro materiály s rozdílnou koncentrací výztuže pro tvrdost 85 ShA



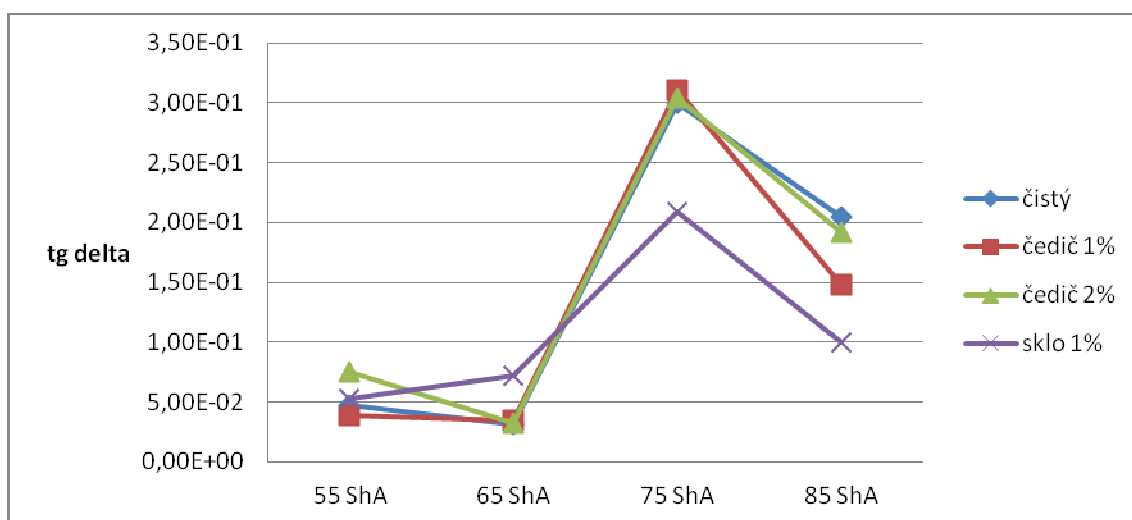
Obr 3.20: Ztrátový úhel  $\text{tg } \delta$  pro rozdílné koncentrace výztuže pro tvrdost 85 ShA

Grafy (3.19 a 3.20) pro tvrdost 85 ShA znázorňují stejný průběh sledovaných veličin jako u materiálů s tvrdostmi 55 a 65 ShA.

Vzorky s tvrdostí 95 ShA nebylo možné na DMA naměřit. Zřejmě byl překročen silový rozsah přístroje.



Obr 3.21: závislost modulu pružnosti na tvrdosti a druhu materiálu



Obr 3.22: závislost ztrátového činitele na tvrdosti a druhu materiálu

Tyto dva spojnicové grafy (3.21 a 3.22) dokazují, že množství čedičové výztuže v kompozitu má pouze malé dopady na výsledné vlastnosti kompozitu. Sklo propůjčuje polyuretanové matici zcela jiné vlastnosti. Kompozit se skleněnou výztuží má zpravidla vyšší komplexní modul pružnosti a nižší ztrátový úhel.

### 3.5.3 Objemová hmotnost testovaných vzorků

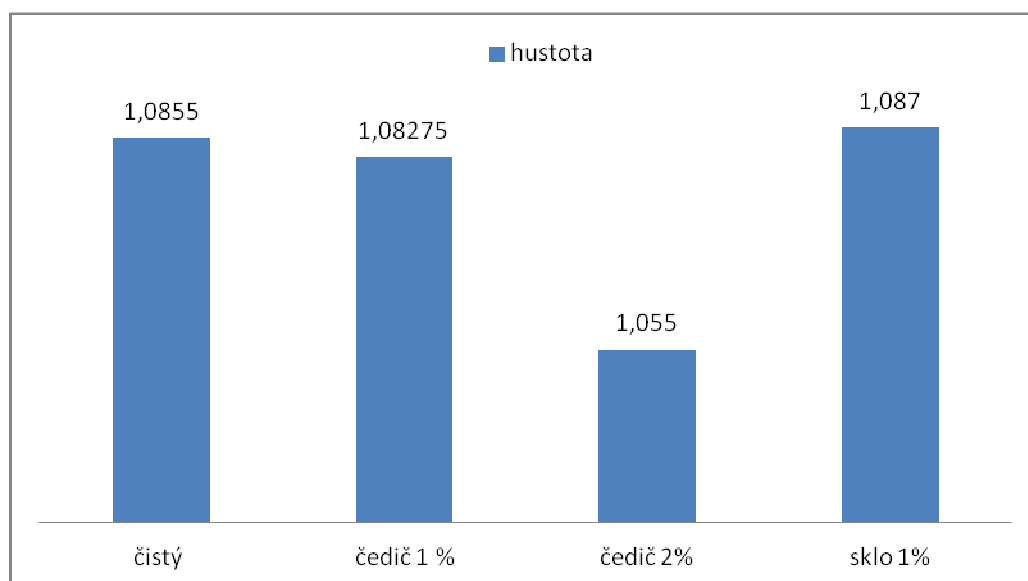
#### Postup výpočtu hustoty

Vzorky podobného tvaru byly změřeny posuvným měřítkem, aby bylo možné spočítat jejich objem a poté byly přesně zváženy. Hustota se vypočítá podle vzorce pro výpočet hustoty.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (5)$$

Tabulka 2: Hustota jednotlivých vzorků

	55 ShA	65ShA	75 ShA	85 ShA
čistý	1,105	1,035	1,069	1,133
čedič 1%	1,076	1,066	1,102	1,087
čedič 2%	1,03	1,046	1,066	1,078
sklo 1%	1,078	1,069	1,069	1,132



Obr 3.23: Graf hustot pro jednotlivé materiály

Na grafu 3.23 lze vypořadovat, že průměrná hustota pro materiál se dvěma procenty čediče je nejnižší. Je to způsobeno tím, že čedičová vlákna na sebe navázala větší množství vzduchu, který se dostal do směsi a kompozit se již nestihl odplynit. Vzduchové bublinky v kompozitu mohou negativně ovlivňovat mechanické vlastnosti.

### 3.5.4 Určení jemnosti vyztužujících složek

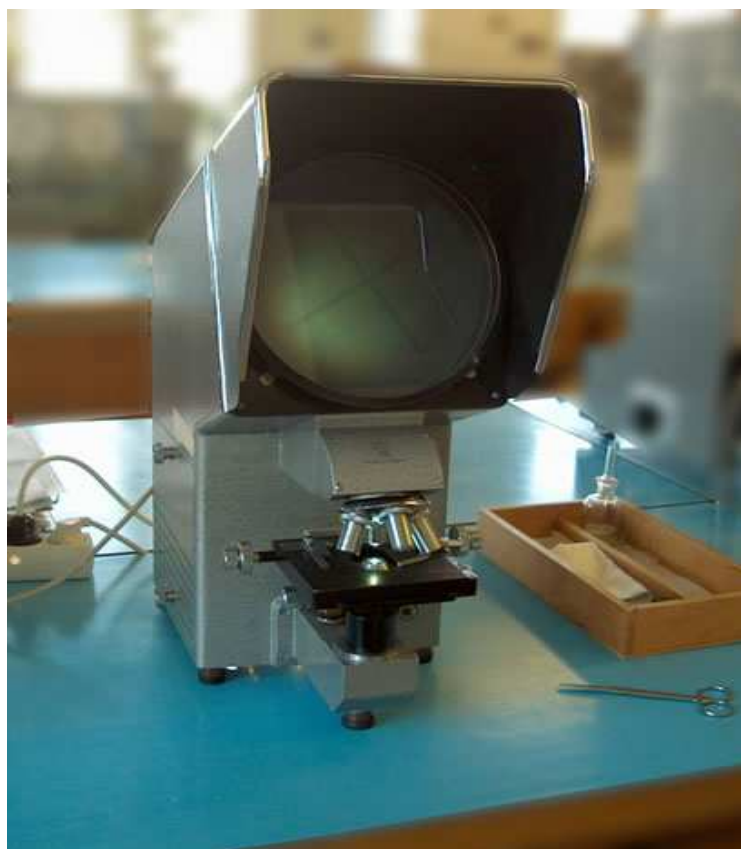
Při stanovování jemnosti vyztužujících vláken bylo potřeba vycházet z průměru vláken. Ten byl odečten na přístroji zvaném lanametr při dvacetinásobném zvětšení. Na stupnici, která je součástí lanametru, byly odečteny hodnoty. Pro přesný výpočet bylo třeba z lanametru odečíst třicet hodnot pro čedič a dvacet hodnot pro sklo. Vláknina nebyla všude stejná. Jeden dílek odpovídá dvěma  $\mu\text{m}$ . Jemnost byla dále vypočítána podle vzorce pro výpočet jemnosti z průměru.

Hustota skla je  $2600 \text{ kg/m}^3$

Hustota čediče je  $2900 \text{ kg/m}^3$

$$T = 10^6 * \frac{\pi}{4} * d^2 * \rho \quad (6)$$

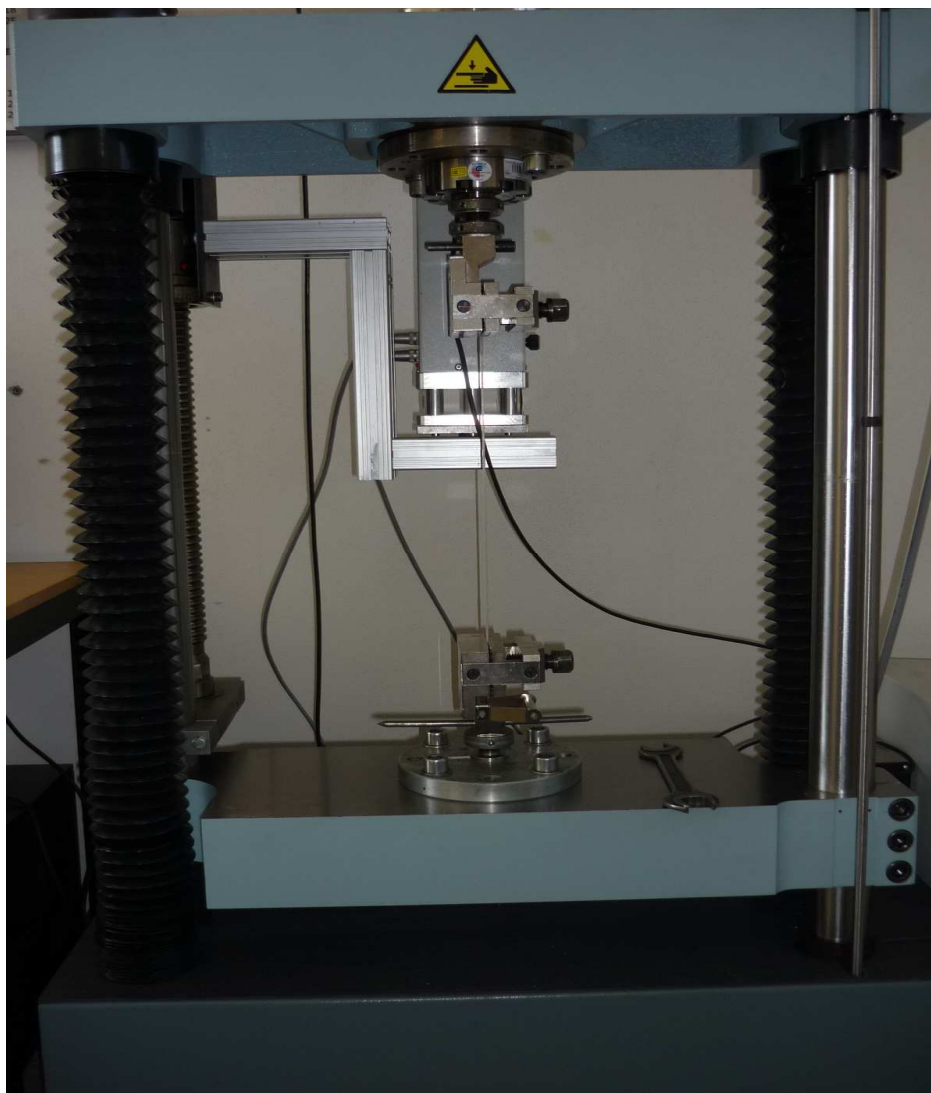
Po dosazení ve správných jednotkách vychází jemnost skleněných vláken **0,26 dtex** a jemnost čedičových vláken **0,14 dtex**.



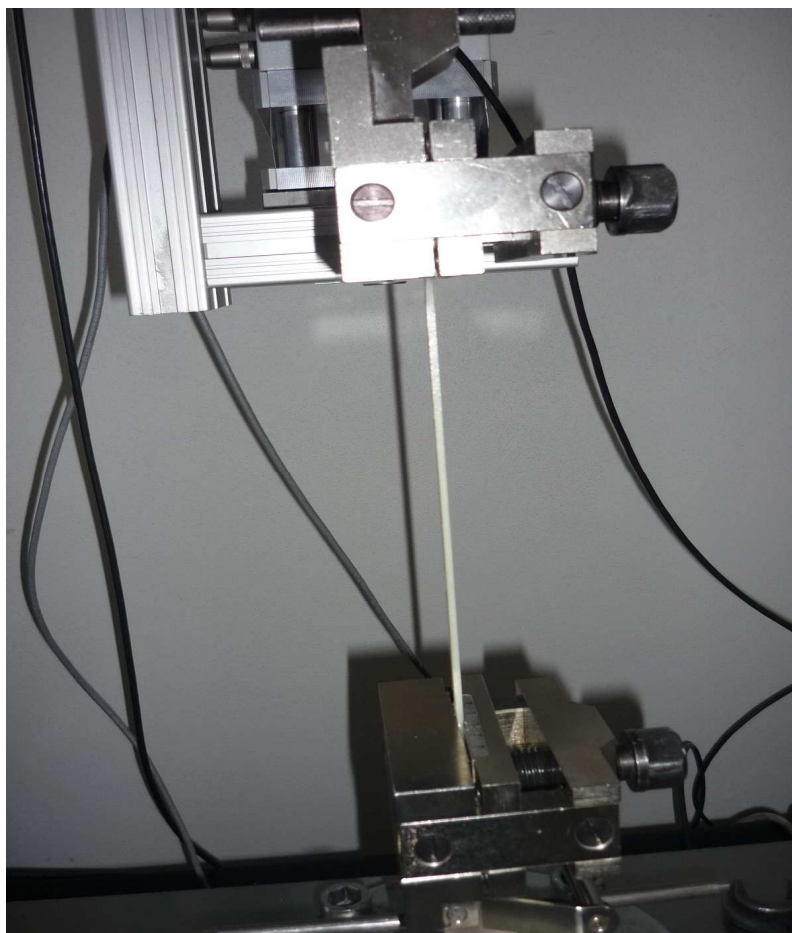
Obr 3.24: Lanametr

### 3.5.5 Tahová zkouška

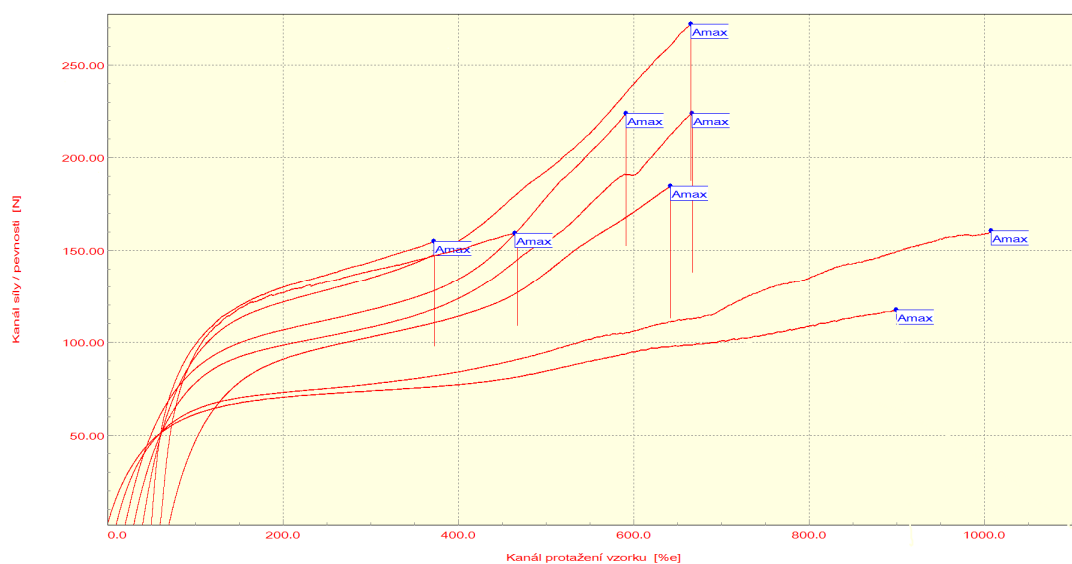
Tato zkouška probíhala trhacím stroji fakulty strojní. Vzorky byly upnuty do čelistí , které byly k dispozici. To se později ukázalo jako nešťastné řešení. Čelisti dovolovaly změřit vzorky o tvrdostech do 75 ShA. I tyto vzorky z čelistí klouzaly a výsledky tak mohou být ovlivněny nepatrně větší upínací délkou. Při zkoušce byla sledována síla do přetrhu a délka prodloužení vzorku do přetrhu. Pro každý materiál byly provedeny dvě zkoušky.



Obr 3.25: Zařízení pro zkoušku tahem



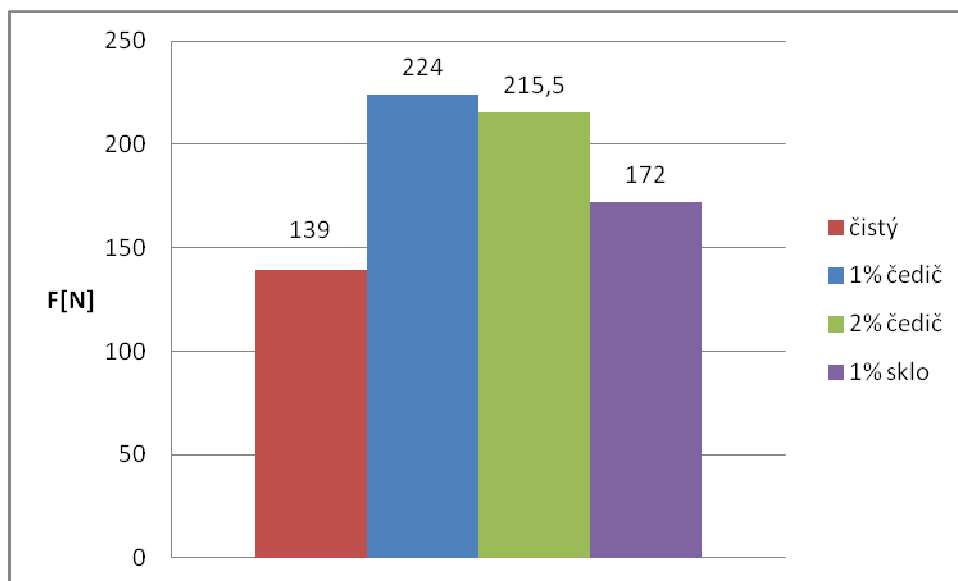
Obr 3.26: Vzorek upnutý v čelistech



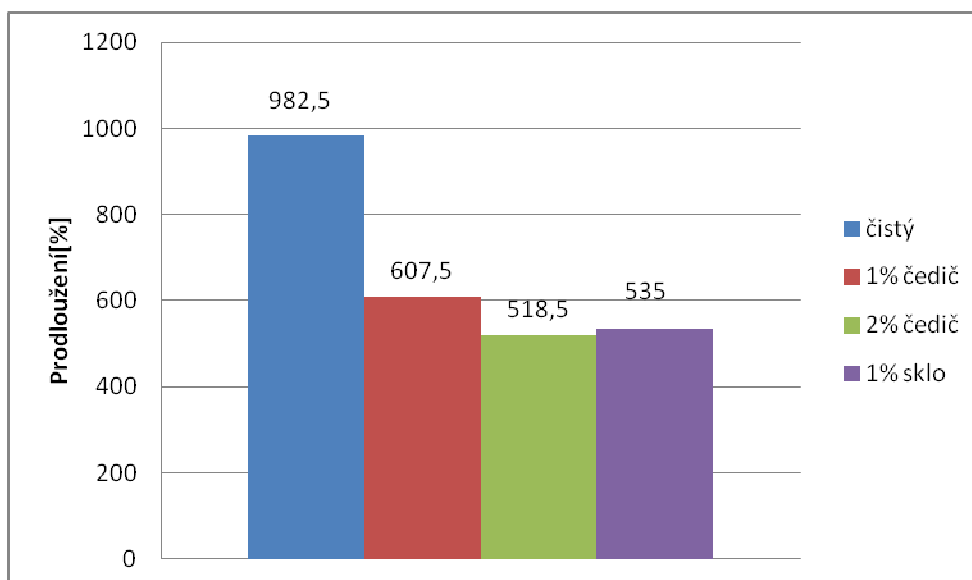
Obr 3.27: Vyhodnocení tahové zkoušky pro tvrdost 55 ShA

Na grafu 3.27 lze vyčíst potřebné hodnoty pro další zpracování. Křivky pro materiály s výztuží měly mnohem rychlejší nárůst síly.



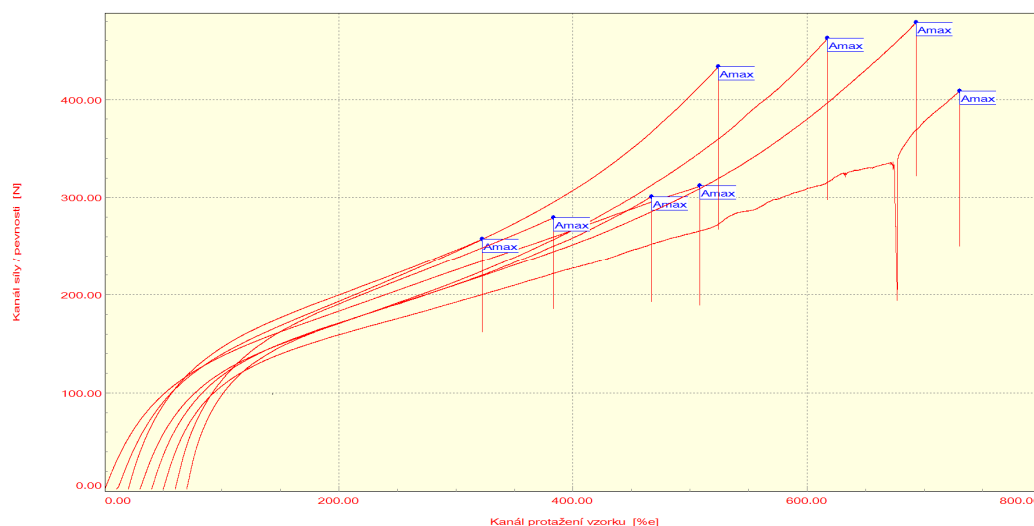


Obr 3.28: Síla působící do přetrhu pro jednotlivé kompozity při tvrdosti matrice 55 ShA



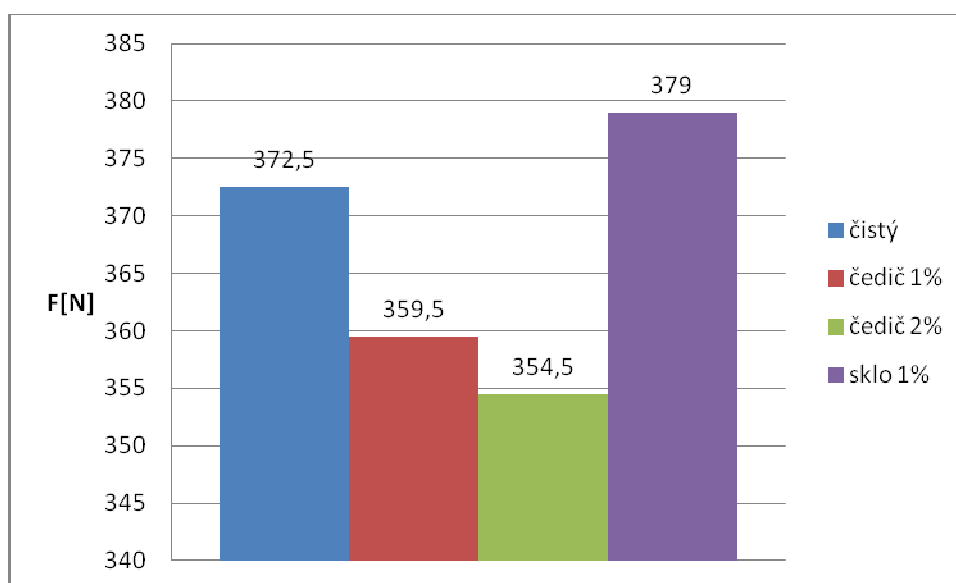
Obr 3.29: Prodloužení při přetrhu pro jednotlivé kompozity při tvrdosti matrice 55 ShA

Sloupcový graf (3.28) znázorňuje závislost síly na druhu zkoušeného materiálu. Je patrné, že vzorek bez výztuže potřeboval k přetržení nejméně síly. Nejvíce síly k porušení vzorků potřebovaly kompozity s čedičovou výztuží. Na dalším grafu (3.29) je znázorněno prodloužení do porušení. To je vyjádřeno v procentech. Zde jednoznačně vede čistý materiál. Hodnoty prodloužení pro ostatní kompozity jsou téměř o polovinu nižší a nabývají podobných hodnot.

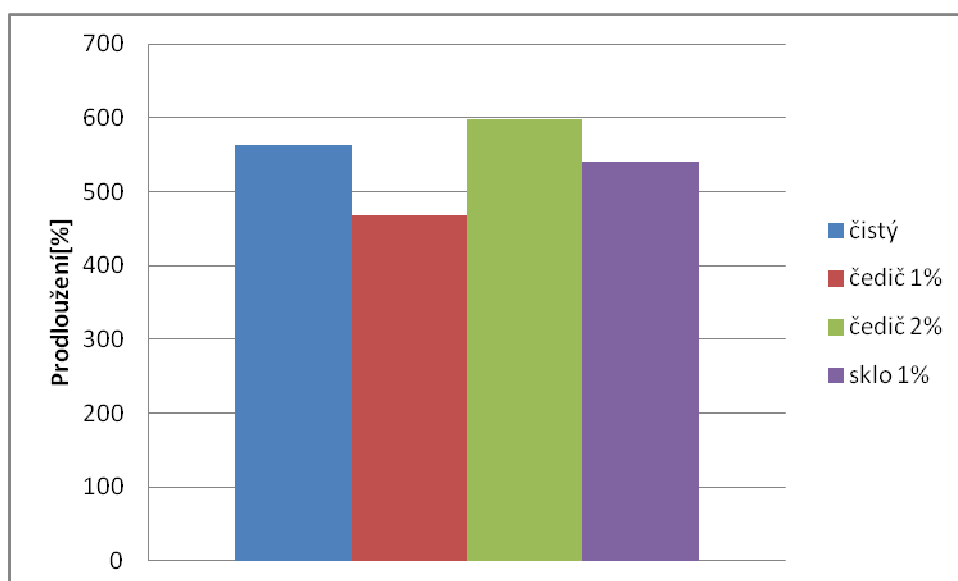


Obr 3.30: Vyhodnocení tahové zkoušky pro tvrdost 65 ShA

Všechny křivky v grafu 3.30 mají podobný průběh. V matrici této tvrdosti nemá výztuž tak velký vliv na vlastnosti kompozitu. Při těchto zkouškách velice záleží na kvalitě testovaného vzorku.



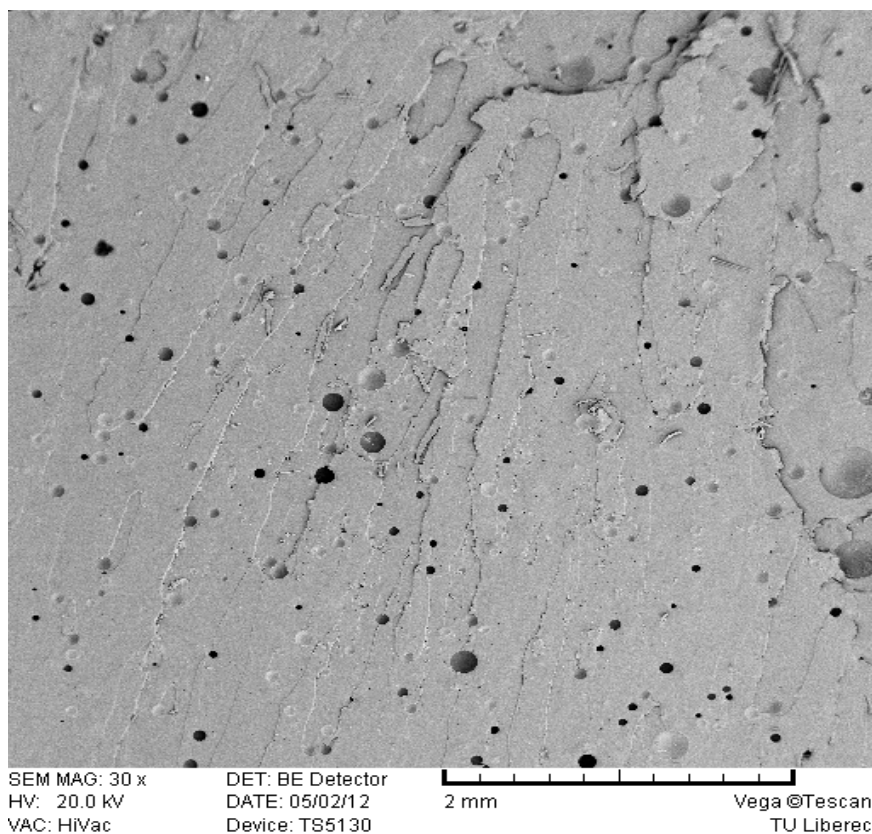
Obr 3.31: Síla působící do přetrhu pro jednotlivé kompozity při tvrdosti matrice 65 ShA



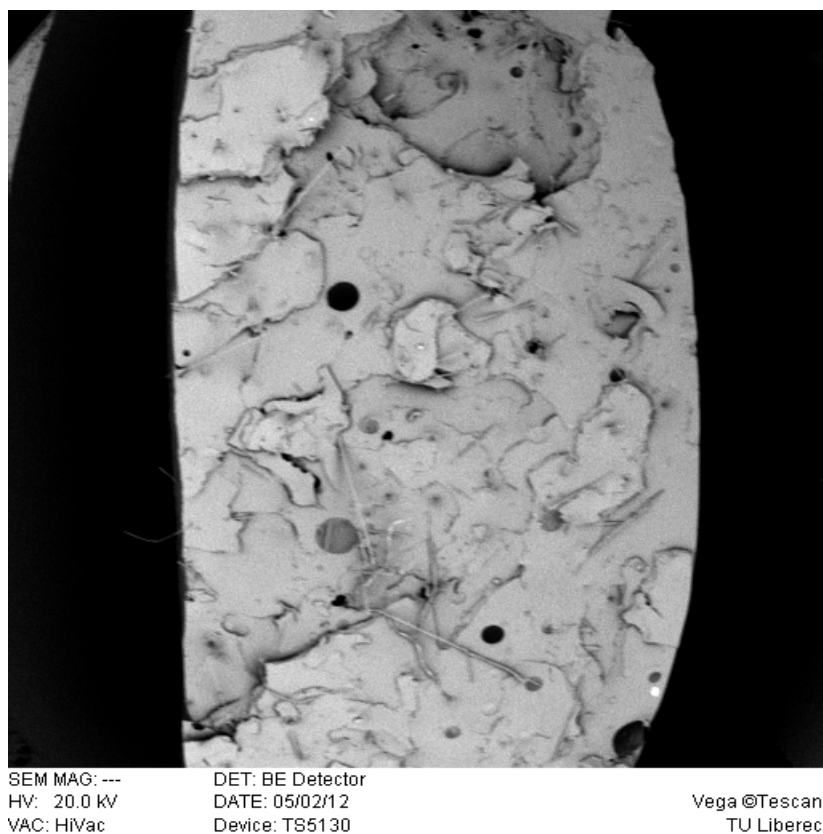
Obr 3.32: Prodloužení při přetrhu pro jednotlivé kompozity při tvrdosti matrice 65 ShA

Poslední dva grafy (3.31 a 3.32) dokazují, že výztuž neovlivňuje výsledné vlastnosti kompozitu s touto tvrdostí matrice. Všechny hodnoty vycházejí velice podobně, dokonce i zkouška měla u všech testovaných vzorků podobný průběh.

Výsledky tahové zkoušky pro 75 ShA jsou zkreslené špatným uchycením testovaných vzorků, proto zde nebudou uváděny.



Obr 3.33: Pohled na lom kompozitu s jedním procentem čediče



Obr 3.34: Pohled na lom kompozitu s jedním procentem skla

#### 4. ZÁVĚR

Použití kompozitů s polyuretanovou matricí závisí na jejich dynamicko-mechanických vlastnostech. Tyto vlastnosti ovlivňuje tvrdost použitého materiálu, typ materiálu, technologie výroby kompozitu a v neposlední řadě i druh vložené výztuže.

Cílem bakalářské práce bylo vyrobit a testovat kompozitní materiály s čedičovou a skleněnou výztuží. Při výrobě matrice, kterou tvořil elastomer od anglické firmy hyperlast bylo zapotřebí dodržet poměry komponent. Špatné smíchání složek může mít negativní vliv na výsledné hodnoty vlastností kompozitů. Materiál může být křehčí nebo méně pružný. V nejhorším případě není schopen zesíťovat.

Kompozity se skleněnou a čedičovou výztuží s PUR matricí nejsou v průmyslu obvyklým produktem. Přesto těmto kompozitům propůjčuje polyuretan takové vlastnosti, že bylo zajímavé ověřit jejich dynamicko-mechanické vlastnosti. Pro samotný experiment byly zvoleny dvě dynamicko-mechanické zkoušky: trojbodý ohyb a tahová zkouška.

Druhá zmiňovaná zkouška probíhala na trhacím stroji na fakultě strojní. Ta dovolovala otestovat pouze vzorky nižší tvrdosti, které pevně držely v čelistech. Na jejich porušení nebyla zapotřebí tak velká síla jako na vzorky vyšší tvrdosti. Zkouška ukázala, že výztuž v polyuretanu by mohla v budoucnu najít uplatnění v měkkých materiálech. U vzorků s tvrdostí matrice 55 ShA byly plněné materiály pevnější a vzorky zaznamenávaly prudší nárůst síly. Naopak čistý materiál byl asi o polovinu tažnější a nárůst síly v počátku nebyl tak prudký. U kompozitů s tvrdostí matrice 65 ShA byly téměř všechny hodnoty vyrovnané a průběh zkoušky u sledovaných vzorků taktéž. Kompozity s tvrdostí matrice od 75 ShA a tvrdší nebylo možné na tomto stroji změřit a jiný nebyl bohužel k dispozici.

Trojbodý ohyb byl prováděn na přístroji DMA DX04T, na kterém byly sledovány hodnoty komplexního modulu pružnosti  $E$  a ztrátového činitele  $tg\delta$ . Vzorky byly testovány při frekvencích 1 Hz a 10 Hz. Ukázalo se, že přístroj nebyl schopen změřit kompozit s nejtvrdší matricí 95 ShA, byl překročen silový rozsah přístroje. Měřením bylo zjištěno, že komplexní modul pružnosti  $E$  v kompozitech téměř ve všech případech roste. Nejlepší výsledky byly dokazovány se skleněnou výztuží. Ztrátový úhel  $tg\delta$  u materiálů s výztuží naopak v téměř všech případech klesal. V kompozitech plněných sklem byl tento pokles nejpatrnější. Měření dále dokázalo, že množství čedičové výztuže v kompozitu má pouze malé dopady na výsledné vlastnosti

kompozitu. Sklo propůjčuje polyuretanové matrici zcela jiné vlastnosti. Kompozit se skleněnou výztuží má zpravidla vyšší komplexní modul pružnosti a nižší ztrátový úhel.

Výroba těchto kompozitů není příliš jednoduchá a při míchání matrice s výztuží mohou být do materiálu zaneseny nežádoucí vady jako třeba bublinky. Budoucnost tohoto kompozitu ještě není zcela zřejmá. Avšak díky dynamicko-mechanickým vlastnostem, které mají kompozity s PUR matricí mohou tyto materiály sloužit např. jako aktivní tlumiče vibrací, kde se může využít jejich velký nárůst síly a poté pružnost. Dále mohou sloužit jako nosný materiál v různých průmyslových odvětvích.

**5. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] textilní kompozity ing. Blanka Tomková, Ph.D
- [2] [www.diskypneu.cz](http://www.diskypneu.cz)
- [3] [www.volny.cz/zkorinek](http://www.volny.cz/zkorinek)
- [4] [www.czechdesign.cz/](http://www.czechdesign.cz/)  
[\[www.czechdesign.cz/index.php?status=c&clanek=34&long=1\]](http://www.czechdesign.cz/index.php?status=c&clanek=34&long=1)
- [5] [www.basaltex.cz](http://www.basaltex.cz)  
[\[www.basaltex.cz/cedic/cedic.charakteristika\\_cz.htm\]](http://www.basaltex.cz/cedic/cedic.charakteristika_cz.htm)
- [6] [www.plasticsintl.com/polyhardness.htm](http://www.plasticsintl.com/polyhardness.htm)
- [7] [www.pu-systems.bayermaterialscience.com](http://www.pu-systems.bayermaterialscience.com)
- [8] [cs.wikipedia.org/wiki/cedicova\\_vlakna](http://cs.wikipedia.org/wiki/cedicova_vlakna)
- [9] Lisl, J.: Dynamickomechanická analýza kompozitních materiálů s PUR maticí, Bakalářská práce , TU Liberec 2010
- [10] R.A. Bareš: Kompozitní materiály, SNTL Praha 1988
- [11] ing Břetislav Homolka, fa BH form s r.o.
- [12] Skriptum TU Liberec  
[\[http://www.ft.vslib.cz/depart/ktm/files/20091005/01\\_Prednaska.pdf\]](http://www.ft.vslib.cz/depart/ktm/files/20091005/01_Prednaska.pdf).  
7.11.2009
- [13] Hovorková, M.: Dynamicko - mechanická analýza kompozitů s anorganickou výztuží, Diplomová práce, TU Liberec 2010
- [14] Ptáčková, K.: Geometrické parametry kontinuálních čedičových vláken, Diplomová práce, TU Liberec 2007

## **6.SEZNAM PŘÍLOH NA CD**

Příloha č. 1: Produktové listy elastomeru Hyperlast 150

Příloha č. 2: Výsledky měření DMA

Příloha č. 3: Výsledky tahové zkoušky

Příloha č. 4: Snímky lomů z rastrovacího mikroskopu